



Espectrómetros de Masas Serie ISO

Guía del usuario

1R120555-0003 Revisión F Abril 2014

Thermo
SCIENTIFIC

© 2014 Thermo Fisher Scientific Inc. Todos los derechos reservados.

ISQ, TSQ 8000, TSQ Quantum, TRACE, TRACE GC, TRACE GC Ultra, TriPlus, TraceFinder y FOCUS son marcas registradas, y Xcalibur es marca registrada de Thermo Fisher Scientific en los Estados Unidos.

Las siguientes son marcas registradas en los Estados Unidos y otros países: Microsoft, Windows, y Excel son marcas registradas de Microsoft. Adobe, y Acrobat son marcas registradas de Adobe Systems Incorporated. SilTite es marca registrada de SGE Analytical Science en los Estados Unidos. Vespel es marca registrada de E.I. du Pont de Nemours and Company en los Estados Unidos y otros países.

Todas las demás marcas registradas son propiedad de Thermo Fisher Scientific y sus subsidiarias.

Thermo Fisher Scientific Inc. provee este documento a sus clientes con la compra de un producto para usarlo en la operación del producto. Este documento está protegido por derechos de copia y cualquier reproducción de toda o cualquier parte de este documento está estrictamente prohibida, excepto con la autorización por escrito de Thermo Fisher Scientific Inc.

El contenido de este documento está sujeto a cambios sin previo aviso. Toda la información técnica de este documento se ofrece únicamente como referencia. Las configuraciones del sistema y las especificaciones en este documento reemplazan toda la información recibida previamente por el comprador.

Thermo Fisher Scientific Inc. no afirma que este documento esté completo, sea correcto o esté libre de errores, y no asume responsabilidad ni será responsable de cualquier error, omisión, daños, o pérdidas que puedan resultarse de cualquier uso de este documento, incluso en el caso de que la información en el documento sea seguida correctamente.

Este documento no es parte de ningún contrato de venta entre Thermo Fisher Scientific Inc. y un comprador. Este documento de ningún modo regirá o modificará ninguno de los Términos y Condiciones de Venta; dichos Términos y Condiciones de Venta regirán cualquier información contradictoria entre ambos documentos.

Historial de publicación: Revisión A, Mayo 2010; Revisión B, Marzo 2012; Revisión C, Diciembre 2012; Revisión D, Enero 2013; Revisión E, Julio 2013; Revisión F, Abril 2014

Versión del Software: Thermo Foundation 3.0 SP2 y posteriores, Thermo Xcalibur 3.0 y posteriores

Únicamente para uso en investigación. No debe ser usado en procedimientos diagnósticos.

Contenido

Prólogo	ix
Sobre su sistema	ix
Documentación relacionada	x
Requisitos del sistema	xi
Seguridad y avisos especiales	xi
Avisos especiales.	xi
Símbolos de seguridad y palabras-guía	xi
Hidrógeno: Precauciones de seguridad	xiii
Usando Hidrógeno con los Espectrómetros de masas Serie ISQ.	xiv
Pautas para la conexión de Hidrógeno.	xvi
Adquisición de Hidrógeno.	xvii
Condiciones adecuadas de almacenamiento de Hidrógeno	xviii
Códigos de seguridad, estándares y referencias para Hidrógeno.	xix
Precauciones con sustancias peligrosas	xx
Nota de advertencia de riesgo biológico	xx
Ventilación de gases tóxicos.	xxi
Contáctenos	xxi
Capítulo 1 Confirme que su sistema GC/MS está operativo	1
Comprobación de la alimentación del sistema	1
Verificación del flujo de gas portador	2
Comprobación de la presión del tanque de gas portador	3
Comprobación de vacío y temperatura	4
Capítulo 2 Cambio de la columna.	5
Reemplazo de la columna instalada en fábrica	7
Conexión de la columna a la línea de transferencia.	13
Capítulo 3 Ajuste del Espectrómetro de masas Serie ISQ	23
Acceso al Autoajuste Serie ISQ	24
Ajuste del Espectrómetro de masas Serie ISQ	24
Actualización de ajustes para la nueva lente RF	31
Capítulo 4 Creación de un método.	37
Creación de un método para el muestreador automático	38

	Creación de un método para el Espectrómetro de masas Serie ISQ	41
	Creación de un método para el GC	53
	Creación de un método para el TRACE 1300 o TRACE 1310 GC	53
	Creación de un método para el TRACE GC Ultra	60
	Creación de un método para el FOCUS GC	64
Capítulo 5	Uso de AutoSIM	71
	Determinación de iones SIM	71
	Importación de transiciones al editor de métodos	81
Capítulo 6	Ejecución de un análisis	85
	Preparación de su muestra	85
	Ejecución de una secuencia	86
Capítulo 7	Exploración de sus datos	99
Capítulo 8	Optimización de su método	109
	Cambio de la separación cromatográfica	109
	Búsqueda de la mejor manera de realizar una inyección.	110
	Mejora de la manera de preparar muestras	110
	Cambio de la tasa de escaneo	110
	Estrechando el rango de masas	110
	Ajuste de la temperatura de la línea de transferencia	111
	Modificación de un ajuste automático	112
Capítulo 9	Resolución de problemas	127
	No hay presencia de iones en los escaneos	128
	Comprobación del firmware del Sistema ISQ	128
	Cómo saber cuándo su sistema necesita mantenimiento	131
	Investigación de problemas de línea base	132
	Investigación de problemas de picos	134
	Investigación de problemas de resultados	137
	Reconfiguración de su instrumento	139
	Mejora del Software	149

Fabricante: Thermo Fisher Scientific

Thermo Fisher Scientific es el fabricante del instrumento descrito en este manual y, como tal, es responsable de la seguridad del instrumento, de su fiabilidad y rendimiento solo si:

- la instalación
- la re-calibración
- los cambios y reparaciones

han sido llevados a cabo por personal autorizado y si:

- la instalación cumple con las normas legales locales
- el instrumento es usado de acuerdo con las instrucciones entregadas y su manejo solo se confía a personal formado y cualificado

Thermo Fisher Scientific no es responsable de cualquier daño derivado del incumplimiento de las antedichas recomendaciones.

Cumplimiento de normativas

Thermo Fisher Scientific realiza pruebas completas y evalúa sus productos para asegurar un pleno cumplimiento de las normativas aplicables domésticas e internacionales. Cuando le entregamos a Vd. el sistema, cumple todos los estándares de compatibilidad electromagnética (EMC) y de seguridad, como se describe en la siguiente sección o secciones correspondientes al nombre de cada producto.

Las modificaciones que Vd. haga a su sistema pueden invalidar el cumplimiento de una o más de estos estándares EMC y de seguridad. Estos cambios a su sistema incluyen el reemplazo de una pieza o la adición de componentes, opciones, o periféricos no autorizados específicamente y cualificados por Thermo Fisher Scientific. Para asegurar el cumplimiento continuado de los estándares de compatibilidad electromagnética (EMC) y de seguridad, las piezas de recambio, componentes adicionales, opciones, y periféricos deben ser pedidos a Thermo Fisher Scientific o a uno de sus representantes autorizados.

El cumplimiento de las normas CE ha sido evaluado por examinadores profesionales.

- Estándares ITQ e Ion Trap Series: EMC EN 61326-1:2006. Seguridad IEC 61010-1:2001, IEC 61010-2-081:2001
- Estándares Direct Probe Controller (DPC): EMC EN 61326-1:2006. Seguridad IEC 61010-1:2001, IEC 61010-2-081:2001
- Estándares ISQ: EMC EN 61326-1:2006. Seguridad IEC 61010-1:2001, IEC 61010-2-081:2001
- Estándares TSQ 8000: EMC EN 61326-1:2006. Seguridad IEC 61010-1:2001, IEC 61010-2-010:2003, IEC 61010-2-081:2002+A1:2003
- Directiva restrictiva de sustancias peligrosas (2011/65/EU)

Cumplimiento de Seguridad en bajo voltaje

Este instrumento cumple con la Directiva de Bajo Voltaje 2006/95/EC y el estándar armonizado EN 61010-1:2001.

Declaración de cumplimiento de normas FCC

ESTE DISPOSITIVO CUMPLE CON LA PARTE 15 DE LAS NORMAS FCC. SU OPERACIÓN ESTÁ SUJETA A LAS SIGUIENTES DOS CONDICIONES: (1) ESTE DISPOSITIVO NO DEBE CAUSAR INTERFERENCIA PERJUDICIAL, Y (2) ESTE DISPOSITIVO DEBE SOPORTAR CUALQUIER INTERFERENCIA RECIBIDA, INCLUYENDO AQUELLAS QUE PUDIERAN CAUSAR UN FUNCIONAMIENTO NO DESEADO.



ATENCIÓN: Lea y comprenda las distintas notas de precaución, signos y símbolos contenidos en este manual y destinados al uso y funcionamiento seguros de este producto antes de usar el dispositivo.

Aviso acerca de la carga y manipulación de instrumentos Thermo Scientific

Para su seguridad, y en cumplimiento de normas internacionales, la manipulación física de este instrumento Thermo Fisher Scientific *requiere trabajar en equipo*, para levantar y/o mover el instrumento. Este instrumento es demasiado pesado y/o abultado para ser manipulado con seguridad por una sola persona.

Aviso acerca del uso apropiado de los instrumentos Thermo Scientific

En cumplimiento de normas internacionales: El uso de este instrumento de modo no especificado por Thermo Fisher Scientific pudiera impedir cualquier protección ofrecida por el instrumento.

Aviso acerca de la susceptibilidad a transmisiones electromagnéticas

Su instrumento ha sido diseñado para operar en un ambiente electromagnético controlado. No use transmisores de radiofrecuencia tales como teléfonos móviles en proximidades del instrumento. Para ver el lugar de fabricación, vea la etiqueta en el instrumento.

Cumplimiento de normas WEEE

A este producto se le exige cumplir con la Directiva 2002/96/EC de la Unión Europea sobre Residuos de Equipos Eléctricos y Electrónicos (WEEE). Está marcado por el símbolo siguiente:



Thermo Fisher Scientific por contrato con una o varias compañías de reciclado o eliminación de residuos en cada estado miembro de la Unión Europea (UE), estas compañías deben hacerse cargo de la eliminación o reciclado de este producto. Vea www.thermoscientific.com/rohswcee para una mayor información sobre el cumplimiento de Thermo Fisher Scientific de estas Directivas y sobre las empresas de reciclaje en su país.

WEEE Compliance

This product is required to comply with the European Union's Waste Electrical & Electronic Equipment (WEEE) Directive 2002/96/EC. It is marked with the following symbol:

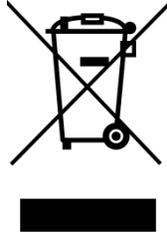


Thermo Fisher Scientific has contracted with one or more recycling or disposal companies in each European Union (EU) Member State, and these companies should dispose of or recycle this product.

See www.thermoscientific.com/rohswcee for further information on Thermo Fisher Scientific's compliance with these Directives and the recyclers in your country.

WEEE Konformität

Dieses Produkt muss die EU Waste Electrical & Electronic Equipment (WEEE) Richtlinie 2002/96/EC erfüllen. Das Produkt ist durch folgendes Symbol gekennzeichnet:



Thermo Fisher Scientific hat Vereinbarungen mit Verwertungs-/Entsorgungsfirmen in allen EU-Mitgliedsstaaten getroffen, damit dieses Produkt durch diese Firmen wiederverwertet oder entsorgt werden kann. Mehr Information über die Einhaltung dieser Anweisungen durch Thermo Fisher Scientific, über die Verwerter, und weitere Hinweise, die nützlich sind, um die Produkte zu identifizieren, die unter diese RoHS Anweisung fallen, finden sie unter www.thermoscientific.com/rohswcee.

Conformité DEEE

Ce produit doit être conforme à la directive européenne (2002/96/EC) des Déchets d'Équipements Électriques et Électroniques (DEEE). Il est marqué par le symbole suivant:



Thermo Fisher Scientific s'est associée avec une ou plusieurs compagnies de recyclage dans chaque état membre de l'union européenne et ce produit devrait être collecté ou recyclé par celles-ci. Davantage d'informations sur la conformité de Thermo Fisher Scientific à ces directives, les recycleurs dans votre pays et les informations sur les produits Thermo Fisher Scientific qui peuvent aider la détection des substances sujettes à la directive RoHS sont disponibles sur www.thermoscientific.com/rohswcee.

Prólogo

Esta guía contiene información sobre cómo usar el Sistema GC-MS Thermo Scientific ISQ™ Series de simple cuadrupolo. Los instrumentos de la Serie ISQ son el Espectrómetro de masas ISQ LT y el Espectrómetro de masas ISQ QD. El sistema ISQ LT está diseñado para permanecer limpio por más tiempo, para maximizar el tiempo útil de su instrumento y mejorar la productividad de su laboratorio. Ya no hay necesidad de romper el vacío, de enfriar su sistema y de pasar horas limpiando, re-ensamblando, y restaurando el sistema. La termostatación del volumen iónico, del grupo de lentes y de la óptica iónica en el sistema ISQ LT aseguran que el sistema permanece limpio por más tiempo, pero cuando el sistema deja de alcanzar sus necesidades analíticas, restablecer el rendimiento es fácil y rápido. En la fuente ExtractaBrite el *repeller* y las lentes de la fuente y de RF están ubicadas dentro de un cartucho fácilmente extraíble sin pérdida de vacío en el sistema. Lo que antes llevaba horas, o incluso un día completo, ahora se logra en minutos.

Contenido

- [Sobre su sistema](#)
- [Documentación relacionada](#)
- [Requisitos del sistema](#)
- [Seguridad y avisos especiales](#)
- [Hidrógeno: Precauciones de seguridad](#)
- [Precauciones con sustancias peligrosas](#)
- [Contáctenos](#)

Sobre su sistema

La cromatografía de gases/Espectrometría de masas (GC/MS) representa una combinación de dos potentes técnicas analíticas: GC, que actúa como técnica de separación y MS, que actúa como técnica de detección. Mezclas complejas de compuestos individuales pueden ser inyectadas al GC, bien manualmente o mediante el uso de un muestreador automático opcional, y después ser separadas para su presentación al MS. El MS entonces generará un espectro de masa del eluyente y de sus componentes, que puede ser usado tanto para identificación cualitativa, como para cuantificación cierta y precisa de los compuestos individuales presentes en la muestra.

Documentación relacionada

La Serie ISQ incluye Ayuda y los siguientes manuales como archivos PDF:

- *ISQ Series Preinstallation Requirements Guide* PN 1R120555-0001
- *ISQ Series Hardware Manual* PN 1R120555-0002
- *ISQ Series User Guide* PN 1R120555-0003
- *ISQ Series Spare Parts Guide* PN 1R120555-0004
- *ISQ and TSQ 8000 Direct Probe System User Guide* PN 1R120505-0006

❖ Para ver los manuales del producto

Abra la carpeta *Manuals* en su escritorio.

❖ Para abrir Ayuda

- Desde la ventana ISQ Series en el software de control del instrumento, elija *Help* > *ISQ Series Help*.
- Si está disponible en una ventana específica o cuadro de diálogo, cliquee *Help* o presione la tecla F1 para información sobre parámetros de ajuste.

Para más información, visite www.thermoscientific.com.

Requisitos del sistema

Su sistema de datos Serie ISQ debe cumplir estos requisitos mínimos.

Sistema	Requisitos
Hardware	<ul style="list-style-type: none">• Procesador de 2.4 GHz con 4 GB de RAM• Resolución del monitor 1280 × 1024 (XGA)• Disco duro de 250 GB o mayor• Formato NTFS
Software	<ul style="list-style-type: none">• Sistema operativo Microsoft™ Windows™ 7 SP1 (32-bit y 64-bit)• Thermo Foundation 3.0 SP2 (Software Thermo Scientific)• Xcalibur™ 3.0

Seguridad y avisos especiales

Asegúrese de que sigue las declaraciones de precaución presentadas en esta guía. Los avisos de seguridad y otros avisos especiales aparecen encuadrados.

Avisos especiales

Los avisos especiales incluyen los siguientes:

IMPORTANTE Resalta información necesaria para prevenir daño al software, pérdida de datos, o resultados de pruebas inválidos; o puede contener información que es crítica para el funcionamiento óptimo del sistema.

Nota Resalta información de interés general.

Consejo Resalta información que puede facilitar una tarea.

Símbolos de seguridad y palabras-guía

Todos los símbolos de seguridad están acompañados por las palabras **ATENCIÓN** o **PRECAUCIÓN**, e indican el grado de riesgo de daños personales, al instrumento, o a ambos. A las palabras atención y precaución les acompaña una descripción. **ATENCIÓN** está destinada a prevenir acciones incorrectas que pudieran resultar en daños personales. **PRECAUCIÓN** está destinada a prevenir acciones incorrectas que pudieran resultar en daños personales o al instrumento. Vd. puede encontrar símbolos de seguridad en su instrumento o en esta guía.

Símbolo	Descripción
	RIESGO BIOLÓGICO: Indica que un riesgo biológico <i>podiera</i> ocurrir u ocurrirá <i>con certeza</i> .
	RIESGO DE QUEMADURAS: Le alerta de la presencia de una superficie caliente que <i>puede</i> producir quemaduras.
	RIESGO DE CHOQUE ELÉCTRICO: Indica que <i>podría</i> producirse un choque eléctrico.
	RIESGO DE FUEGO: Indica la <i>posibilidad</i> de incendio o inflamación.
	RIESGO POR GAS INFLAMABLE: Le alerta de gases comprimidos, licuados o disueltos bajo presión y que podrían inflamarse en presencia de un punto de ignición. Este símbolo indica que <i>podieran</i> producirse lesiones.
	USO DE GUANTES OBLIGATORIO: Indica que Vd. debe ponerse guantes para realizar una tarea, o de otro modo <i>podrían</i> producirse lesiones físicas.
	RIESGO DE MANIPULACIÓN DE PRODUCTOS QUÍMICOS: Indica que <i>podrían</i> producirse daños químicos.
	DAÑO AL INSTRUMENTO: Indica que <i>puede</i> dañarse el instrumento o alguno de sus componentes Este daño podría no estar cubierto por la garantía estándar.
	RIESGO AL LEVANTAMIENTO: Indica que <i>podrían</i> producirse lesiones físicas si un objeto no es levantado por dos o más personas.
	RIESGO OCULAR POR MATERIALES: Indica que <i>pueden</i> producirse daños oculares.
	RIESGO RADIOACTIVO: Indica que <i>puede</i> darse exposición a materiales radioactivos.

Símbolo	Descripción
	LEA EL MANUAL: Le alerta de leer cuidadosamente la documentación de su instrumento para asegurar su seguridad y la capacidad operativa de su instrumento. Abstenerse de leer cuidadosamente la documentación <i>podiera</i> ponerle en riesgo de daños físicos.
	RIESGO POR SUSTANCIAS TÓXICAS: Indica que podría ocurrir exposición a una sustancia tóxica que <i>podiera</i> causar daños personales o muerte.
	Para prevenir daños personales, este símbolo de advertencia precede la palabra-guía de seguridad ADVERTENCIA y cumple el estándar ISO 3864-2. En el léxico de signos ANSI Z535, este símbolo indica que existe riesgo de posible daño personal si el instrumento no se usa apropiadamente o ocurren acciones inseguras. Este y otros símbolos de alerta de seguridad apropiados le previenen de un inminente o potencial riesgo que <i>podiera causar daños personales</i> .

Hidrógeno: Precauciones de Seguridad

El hidrógeno es un gas incoloro, inodoro, altamente inflamable de fórmula molecular H₂. El gas hidrógeno presenta riesgo por ser combustible en un amplio rango de concentraciones: a temperatura y presión ambientales, en concentraciones del 4% al 74.2% en volumen.

El hidrógeno tiene un punto de inflamabilidad de - 423 °F (- 253 °C) y una temperatura de auto-ignición de 1.040 °F (560 °C). Posee una energía de ignición muy baja y la mayor velocidad de combustión de cualquier gas. Si se expande rápidamente desde una alta presión puede producirse auto-ignición. El hidrógeno arde con una llama que puede ser invisible en ambientes luminosos.



ADVERTENCIA RIESGO DE FUEGO: El uso de hidrógeno como gas portador es peligroso. Es explosivo en potencia y debe ser usado con suma precaución. Todo uso de gas hidrógeno debe ser supervisado por personal de sanidad y seguridad apropiado y toda instalación de sistemas de hidrógeno debe cumplir los códigos y estándares aplicables. Thermo Fisher Scientific no asume responsabilidad por un uso inadecuado de hidrógeno como gas portador.

Antes de comenzar a usar hidrógeno, Vd. debiera evaluar los riesgos basándose en la cantidad de hidrógeno a usarse y en las condiciones de su laboratorio. Vd. debe cuestionarse:

“¿Qué riesgos por hidrógeno asociados a este proyecto son más posibles de acontecer?”
“¿Qué riesgos por hidrógeno asociados a este proyecto tienen el potencial de resultar en las peores consecuencias?”

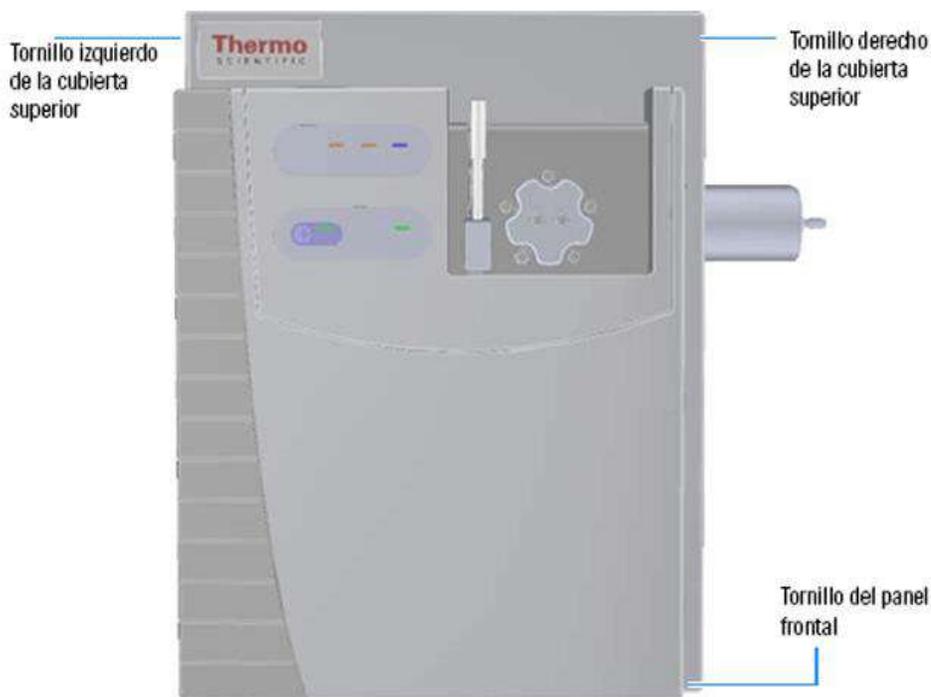
- Trate de reducir o eliminar los mayores riesgos usando ventilación adecuada para dispersar el gas hidrógeno antes de que pueda acumularse concentración combustible. Vd. debe también considerar purgar el hidrógeno para reducir riesgos y asegurarse de que todos los que trabajan con hidrógeno tienen formación de seguridad básica sobre hidrógeno.

- Como norma general de seguridad en laboratorio, asegúrese de usar gafas de protección, prendas de laboratorio, guantes, etc. Típicamente, no hay requisitos específicos para hidrógeno gaseoso, aparte de protección ocular cuando se trabaja con gases comprimidos. Si se trabaja con hidrógeno líquido (criogénico), además de la protección ocular, deben usarse guantes con aislamiento y calzado protector.
- Deben situarse señales “No fumar” y “No producir llamas” para identificar las bombonas y fuentes de hidrógeno. Mantenga, inspeccione y busque posibles fugas regularmente en todas las fuentes de hidrógeno.
- Todas las válvulas de cierre de hidrógeno deben estar claramente señaladas y las conducciones permanentes etiquetadas como tales en los puntos de abastecimiento y descarga y a intervalos regulares a lo largo de su recorrido. Donde las conducciones de gas hidrógeno atraviesen una pared, la conducción debe ser señalizada a ambos lados de la pared.
- Debe también haber planes de contingencia establecidos por si ocurriera un incidente.
- El equipo de respuesta de emergencia del lugar, así como el departamento local de bomberos deben conocer la localización de todos los tanques-almacén de hidrógeno.

Usando hidrógeno con los Espectrómetros de masas Serie ISQ

Para usar hidrógeno con el instrumento Serie ISQ, Vd. debe cerrar siempre el gas portador de cromatografía de gases antes de ventilar o apagar el instrumento Serie ISQ. Hay tres tornillos de seguridad para el hidrógeno en el instrumento Serie ISQ que deben estar en su posición. Son ajustados en su instrumento en fábrica.

Figura 1. Tornillos de seguridad para el hidrógeno en el instrumento Serie ISQ



Asegúrese de que todos los paneles y cubiertas del instrumento Serie ISQ están firmemente colocados antes de encender el instrumento Serie ISQ. Si ventiló el sistema, asegúrese de que la válvula de ventilación este bien cerrada antes de encender el sistema. Asegúrese de que todas las conexiones, férulas, y arandelas estén sellados antes de encender el sistema.

Pautas para la conexión del hidrógeno

Use las siguientes pautas para conectar el hidrógeno de forma segura a su sistema:

- **Tuberías**—El hidrógeno debe ser suministrado al equipo usando tuberías apropiadas y de modo que esencialmente no suponga peligro para el usuario final. Los sistemas de tuberías para suministro de hidrógeno deben ser diseñados e instalados por una persona cualificada con formación específica y experimentada en sistemas de tuberías para hidrógeno.

Se recomienda habitualmente usar acero inoxidable, por ser un material seguro y de buena relación calidad-precio. No deben usarse tuberías de acero común o cobre, ya que pueden hacerse frágiles con el tiempo. Tampoco deben usarse tuberías elastoméricas o de los diversos plásticos y polímeros, salvo que su uso para hidrógeno esté aprobado. Si se usaran tuberías de elastómero / plástico para el suministro de gas hidrógeno, debiera comprobarse su permeabilidad al hidrógeno para minimizar las fugas.

El sistema de tuberías para hidrógeno debe ser lo suficientemente flexible para resistir expansión y contracción térmicas rutinarias. El sistema debiera también considerar las condiciones de temperatura y presión más severas que puedan llegar a darse durante su vida útil. Las tuberías y sus anclajes deben ser capaces de soportar cargas estáticas producidas por nieve o hielo, y cargas dinámicas por vientos fuertes o terremotos.

Sea precavido al soterrar tuberías de hidrógeno. Deben establecerse los controles apropiados para prevenir corrosión y daños, y también para prevenir la entrada de hidrógeno a edificaciones si hubiera fugas.

- **Conexiones**—Toda conexión debe ser de tipo apropiado, diseñada o aprobada para su uso con gas hidrógeno. Use las menos posibles para minimizar fugas potenciales. Tras la instalación, y de forma regular, asegúrese de que se efectúan pruebas de fugas.

No debe usarse cinta de teflón ni otros productos como masilla de fontanería para mejorar el sellado, ya que en realidad resultan ser perjudiciales para un buen sellado. Idealmente, la mejor instalación usaría tuberías de acero inoxidable con conexiones apropiadas para gas.

Normalmente se prefiere usar soldadura para las juntas de sistemas de tuberías para hidrógeno ya que aportan una mejor conexión y reducen el potencial de fugas frente a conexiones mecánicas. No son permisibles juntas de soldadura blanda para sistemas de hidrógeno (debido al bajo punto de fusión de las soldaduras blandas y su potencial fragilidad a temperaturas criogénicas). Las juntas de soldadura reforzada son aceptables, pero serán protegidas ante la posibilidad de fuegos externos.

Los empalmes de las tuberías deben ser conexiones de los tipos dentado o a presión. No deben usarse abrazaderas de manguera o de rosca sin fin.

- **Válvulas**—Todas las válvulas deben ser apropiadas para su uso con hidrógeno y para las condiciones específicas de uso. Las válvulas, incluidas las reguladoras, no deben ser usadas con hidrógeno, salvo que hayan sido creadas e identificadas a tal fin. Se suelen preferir las válvulas de bola por su superior resistencia a pérdidas a través de su asiento. Generalmente se usan actuadores

neumáticos para las válvulas operadas en remoto, de modo que las posibles fuentes de ignición (electricidad) están alejadas de la válvula.

Deben establecerse válvulas de cierre cerca de cada punto de uso, al alcance inmediato. Si una bombona de hidrógeno o un sistema de generación de hidrógeno están al alcance inmediato, no son generalmente necesarias otras válvulas de cierre para el punto de uso.

Los reguladores de línea que tengan su origen lejos del punto de uso deben tener una válvula de cierre manual cerca de éste.

Debe establecerse un dispositivo de cierre del paso de gas de emergencia en lugar accesible fuera del área de uso, además de la válvula manual de punto de uso de cada recinto del laboratorio educacional e instructivo que tenga un sistema de suministro de gas por tubería.

Si fuera necesario, el sistema de tuberías debiera tener válvulas no interrumpibles de descarga de presión, diseñadas para proveer una tasa de descarga suficiente para evitar más aumentos de presión, y debieran evacuar hacia un lugar exterior seguro o a un sistema de salida de gases.

Adquisición de Hidrógeno

Use las siguientes pautas para adquirir el hidrógeno:

- **Generador de hidrógeno**—Debido a que minimiza la cantidad de hidrógeno presente y reduce el grado de riesgo, un generador de hidrógeno (también llamado electrolizador) es la manera más segura de obtener hidrógeno en las cantidades usadas en GC/MS.

Sin embargo, para minimizar el grado de riesgo, el generador de hidrógeno debe únicamente ser usado en un ambiente no explosivo, ya que la acumulación de hidrógeno puede ser inflamable. Esto significa que el sistema de ventilación del recinto, o la campana de extracción del laboratorio deben mantener un intercambio de aire mayor que, en al menos dos órdenes de magnitud, la tasa máxima de producción de hidrógeno del generador. Asegúrese de cumplir las indicaciones del fabricante sobre el uso debido y mantenimiento del regulador.

Para prevenir posibles fugas de hidrógeno, el generador de hidrógeno debe ser parado si:

- Hay una pérdida de flujo hacia el sistema de ventilación
- Un detector alarma de un 25% del límite inferior de ignición de hidrógeno en el aire.

El oxígeno producido por el electrolizador debiera ser también evacuado al exterior.

- **La bombona de hidrógeno**—El hidrógeno puede ser suministrado en botellas o bombonas estándar de laboratorio. Estas bombonas contienen una cantidad limitada de hidrógeno y son un modo seguro de transportar y almacenar hidrógeno. Sin embargo, las bombonas de hidrógeno, como todas las bombonas de gases comprimidos, deben ser fijadas en posición vertical, idealmente con una cadena o cable no combustibles. Si la bombona cayera, la válvula podría desprenderse y la bombona a presión salir disparada como un cohete, conllevando la fuga de hidrógeno y posiblemente una explosión, lesiones severas, o muerte. Nunca raspe una válvula de bombona de hidrógeno para eliminar polvo o suciedad de las conexiones antes de conectar un regulador, ya que existe un peligro de auto-ignición.

Condiciones adecuadas de almacenamiento de hidrógeno

El almacenamiento y manipulación de gas hidrógeno comprimido e hidrógeno líquido criogénico presentan riesgos potenciales de salud y seguridad. El uso de técnicas apropiadas de almacenamiento y manipulación es esencial para mantener un ambiente seguro de trabajo.

Use las siguientes pautas para almacenar hidrógeno:

- Almacene las bombonas de repuesto de gas hidrógeno en el exterior y lejos de puertas, ventanas, entradas de ventilación en edificios, estructuras, y zonas de paso de vehículos. Esta precaución se aplica tanto si el hidrógeno está siendo usado como si no lo está. Al almacenamiento en interiores de bombonas de repuesto de gas hidrógeno se aplican requisitos especiales, que van más allá del alcance de este documento. La documentación de cada recipiente debe incluir una descripción del mismo, una lista de esquemas disponibles u otros documentos, los últimos resultados de inspección, y el nombre de la persona responsable.
- Prevenga la caída de bombonas de repuesto fijándolos con cadenas. Las cadenas deben también estar protegidas del calor excesivo y de la corrosión.
- Aleje las bombonas de repuesto de hidrógeno de gases oxidantes (tales como oxígeno) con una barrera cortafuegos de al menos 5 pies (1.5 m) de altura y una calificación frente al fuego de media hora, o coloque las bombonas a al menos 20 pies (6 m) de distancia.
- Cuando mueva bombonas de hidrógeno:
 - Retire el regulador y coloque la tapa de la válvula de la bombona antes de moverla.
 - Mueva las bombonas en carritos específicos u otros medios de transporte apropiados.
 - Nunca ruede o deje caer una bombona y nunca la levante asiendo de su tapa protectora.
- Los sistemas de hidrógeno a granel incluyen hidrógeno tanto gaseoso como líquido en instalaciones fijas; en algunos sistemas un tráiler semipermanente puede ser usado (tráiler cilíndrico). Los recipientes de almacenamiento de hidrógeno gaseoso o líquido deben estar diseñados, construidos, probados, y mantenidos de acuerdo con los códigos y estándares apropiados. Los sistemas de hidrógeno a granel presentan de nuevo un nivel de complejidad que va más allá del alcance de este documento; sin embargo, aportamos algunas pautas.
- Los sistemas de almacenamiento de hidrógeno a granel no deben situarse bajo cableado eléctrico, cerca de otros gases o líquidos inflamables, o cerca de áreas públicas. Deben tener fácil acceso al personal autorizado y equipos de suministro, pero estar protegidos de daños físicos o manipulaciones.
- Dado que los sistemas de hidrógeno líquido presentan además un riesgo criogénico, pueden requerirse consideraciones adicionales de seguridad para su uso.

Códigos, estándares y referencias de seguridad con hidrógeno

La siguiente lista de códigos, estándares y referencias de seguridad no es en modo alguno una lista exhaustiva. De hecho, puede haber diferentes regulaciones de distintos organismos que sean de aplicación en su localidad en particular. Consulte todas las agencias de jurisdicción apropiadas antes de instalar o usar un sistema de hidrógeno.

- Air Products Safetygram #4 Gaseous Hydrogen
- ANSI/AIAA standard for hydrogen safety guidelines is AIAA G-095-2004, Guide to Safety of Hydrogen and Hydrogen Systems
- ASME B31.1, Power Piping Code
- ASME B31.3, Process Piping Code
- ASME B31.8, Gas Transmission and Distribution Systems
- BCGA Code Of Practice CP4 Industrial Gas Cylinder Manifolds and Gas Distribution Pipework
- BCGA Code Of Practice CP33 The Bulk Storage of Gaseous Hydrogen at Users' Premises
- CGA G-5, Hydrogen
- CGA G-5.4, Standard for Hydrogen Piping Systems at Consumer Locations
- CGA G-5.5, Hydrogen Vent Systems
- CGA G-5.6, Hydrogen Pipeline Systems
- CGA G-5.8, High Pressure Hydrogen Piping Systems at Consumer Locations.
- FM Global Property Loss Prevention Data Sheets 7-50: Compressed Gases in Cylinders
- FM Global Property Loss Prevention Data Sheets 7-91: Hydrogen
- IGC Doc 121/04/E, Hydrogen Transportation Pipelines System Design Features
- NASA
- NSS 1740.16 Safety Standard For Hydrogen And Hydrogen Systems Guidelines for Hydrogen System Design, Materials Selection, Operations, Storage, and Transportation
- NFPA 52, Vehicular Fuel Systems Code
- NFPA 55, Standard for the Storage, Use, and Handling of Compressed Gases and Cryogenic Fluids in Portable and Stationary Containers, Cylinders, and Tanks, 2005 Edition
- NFPA 68, Standard on Explosion Protection by Deflagration Venting
- NFPA 70, National Electrical Code

- NFPA 497, Recommended Practice for the Classification of Flammable Liquids, Gases, or Vapors and of Hazardous (Classified) Locations for Electrical Installations in Chemical Process Areas
- NFPA 13, Standard for the Installation of Sprinkler Systems
- NFPA 45, Standard on Fire Protection for Laboratories Using Chemicals
- NFPA 55, Standard for the Storage, Use, and Handling of Compressed Gases and Cryogenic Fluids in Portable and Stationary Containers, Cylinders, and Tanks
- NFPA 68, 2007 Standard on Explosion Protection by Deflagration Venting
- NFPA 69, Standard on Explosion Prevention Systems
- NFPA 91, Standard for Exhaust Systems for Air Conveying of Vapors
- NFPA 255, Standard Method of Test of Surface Burning Characteristics of Building Materials
- OSHA 29CFR1910.103 1910.103 Hydrogen

Precauciones con sustancias peligrosas



ADVERTENCIA Antes de usar sustancias peligrosas (tóxicas, dañinas y afines), lea por favor las indicaciones e información mostradas en la Hoja técnica de seguridad de materiales aplicable (Material Safety Data Sheet - MSDS). Use equipamiento protector personal de acuerdo con los requisitos de seguridad.

Nota de advertencia de riesgo biológico

En laboratorios donde se manipulen muestras con riesgos biológicos potenciales, el usuario debe etiquetar cualquier equipo o pieza que pueda ser contaminada con material biológico peligroso.



Las etiquetas apropiadas de advertencia están incluidas en el envío del equipo. Es responsabilidad del usuario etiquetar las partes relevantes del equipo.

Cuando trabaje con materiales biológicos peligrosos, Vd. es responsable de cumplir los siguientes requisitos obligatorios:

- Proveer instrucciones de cómo manipular con seguridad material biológico peligroso.
- Formar a los operarios para concienciarlos de los riesgos potenciales.

- Proveer equipamiento protector personal.
- Proveer instrucciones sobre los pasos a seguir en el caso de que los operarios se expongan a aerosoles o vapores durante una operación normal (de acuerdo con el uso previsto del equipo) o en caso de situaciones de un único fallo tales como romper un vial. Las medidas protectoras deben considerar el contacto potencial con piel, boca, nariz (órganos respiratorios) y ojos.
- Proveer instrucciones de descontaminación y desecho seguro de las piezas relevantes.



ADVERTENCIA El usuario u operario es responsable de la manipulación segura de productos químicos o biológicos peligrosos incluyendo (pero sin limitarse a) muestras bacteriológicas o virales y los desechos asociados a ellas, de acuerdo con las regulaciones locales e internacionales.

Ventilación de gases tóxicos

Cuando se analizan compuestos tóxicos, sea consciente que durante la operación normal de cromatografía de gases parte de la muestra podría salir del instrumento a través de los respiraderos divididos (*Split*) y de flujo de purga del instrumento; por tanto, asegúrese de ventilar los gases emanados a una campana de extracción. Consulte las normas locales de seguridad y ambientales para obtener instrucciones de cómo expulsar emanaciones de su sistema.

Contáctenos

Hay varias maneras de contactar con Thermo Fisher Scientific para obtener la información que precise.

❖ Para saber más de nuestros productos

Visite www.thermo.com/ms para más información sobre nuestros productos.

❖ Para obtener información local de ventas o servicio técnico

Vaya a www.thermoscientific.com/wps/portal/ts/contactus

❖ Para sugerir cambios a la documentación o a la Ayuda

- Rellene una encuesta al lector en línea en www.surveymonkey.com/s/PQM6P62.
- Envíe un mensaje e-mail al Editor de Publicaciones Técnicas en techpubs-austin@thermofisher.com.

Confirme que su sistema GC/MS está operativo

Use la información en este Capítulo para confirmar que su sistema GC/MS está encendido, el flujo del gas portador es correcta, el tanque de gas tiene presión suficiente, el sistema ha alcanzado vacío y temperatura, y está libre de fugas.

IMPORTANTE Debe cambiar la columna GC antes de establecer un método. Vea el Capítulo 2, “Cambio de la columna” para obtener instrucciones sobre el cambio de la columna.

Contenido

- Comprobación de la alimentación del sistema
- Verificación del flujo de gas portador
- Comprobación de la presión del tanque de gas portador
- Comprobación del vacío y temperatura

Nota Muchos guantes de nitrilo y látex no certificados para uso aséptico contienen agentes que liberan moho de silicona, que contaminará el instrumento. Por esta razón, le recomendamos encarecidamente el uso de guantes asépticos cuando trabaje con el ISQ. Recomendamos guantes Cardinal Health CP100 Nitrile Cleanroom. Vea la Guía de Piezas de Repuesto ISQ para información de pedido.

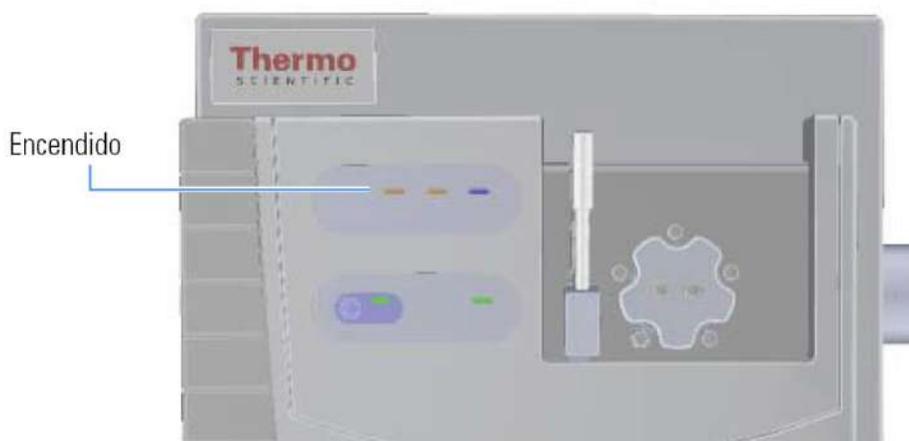
Comprobación de la alimentación del sistema

Para confirmar que el sistema Serie ISQ está encendido, asegúrese de que el piloto de encendido del panel frontal luzca fijo en verde. Si el piloto no está iluminado, el sistema Serie ISQ no está encendido. Para encenderlo, aproximándose desde la parte derecha del instrumento, levante el interruptor de encendido situado en la parte trasera. Si el instrumento aún no se enciende, compruebe las conexiones eléctricas y el enchufe en la pared.

1 Confirme que su sistema GC/MS está operativo

Verificación del flujo de gas portador

Figura 1. Comprobación de la alimentación del sistema ISQ LT



Para confirmar que un TRACE GC Ultra está encendido, asegúrese de que el panel LCD muestra información y no está en blanco. Para encender el TRACE GC Ultra, alcance desde la parte superior central del instrumento y levante el gran interruptor de plástico acanalado en la parte trasera. Para confirmar que un TRACE 1300 GC está encendido, asegúrese de que el piloto del panel de estado está encendido fijo en verde. Para confirmar que un TRACE 1310 GC está encendido, vea si ha aparecido el menú principal en la pantalla táctil. Para encender el TRACE 1300 o el 1310 GC, alcance desde la parte superior derecha del instrumento y levante el gran interruptor de plástico acanalado en la parte trasera. Si el instrumento no se enciende aún, compruebe las conexiones eléctricas y el enchufe en la pared.

Verificación del flujo de gas portador

Una vez confirmado que el sistema está encendido, Vd. Debe verificar que el flujo de gas portador es el esperado.

Nota El TRACE GC Ultra emite pitidos para indicar que el gas portador está desconectado o ajustado de forma incorrecta.

❖ Para comprobar el flujo de gas portador

1. Acceda al menú del gas portador. En el TRACE GC Ultra, apriete el botón *Carrier* en el frontal del GC. En el TRACE 1310 GC, elija *Instrument Control* y después *Front/Back Inlet*. En un TRACE 1300 GC, abra el software Xcalibur haciendo clic en el icono Xcalibur en el escritorio del ordenador. En la lista de instrumentos del panel lateral, seleccione el TRACE1300. Esto abre el *Status Panel*.
2. Se muestra el flujo en la columna.

3. Si las cantidades real y el punto establecido en *Col. Flow* son las mismas, Vd. tiene buen flujo de gas portador. Si las cantidades son diferentes, vea la sección de solución de problemas de su documentación de usuario de GC.

Comprobación de la presión del tanque de gas portador

Asegúrese de tener suficiente presión en el tanque del gas portador para acomodar el número de muestras que planea realizar. Si la presión es demasiado baja, Vd. puede terminar el gas en mitad de un proceso, lo que podría comprometer los resultados de sus datos.

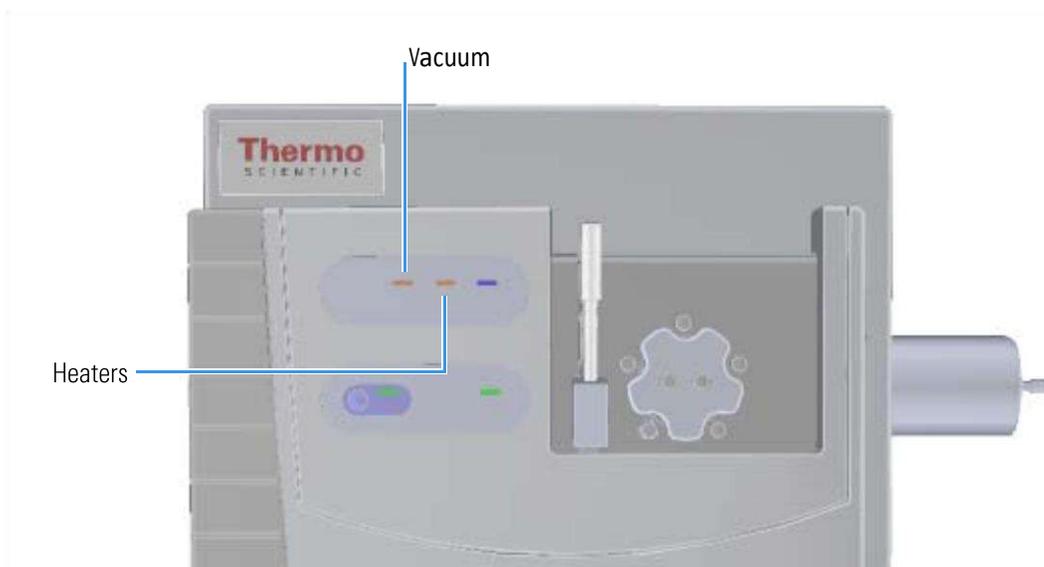
1. Localice su tanque de gas portador. Puede estar en otro recinto, dependiendo de cómo está distribuido su laboratorio.
2. Mire el manómetro de presión del tanque.
3. Asegúrese de que la presión es mayor que 500 psi en la fase primera (o primaria) del regulador. Si no es así, Vd. preferirá cambiar el tanque si debe procesar muchas muestras.
4. Ajuste la fase secundaria de presión del regulador entre 80 y 100 psi (de 560 kPa a 700 kPa).

Comprobación de vacío y temperatura

Use los pilotos en el frontal del instrumento Serie ISQ para comprobar el vacío y temperatura del instrumento.

Para comprobar el vacío, observe el piloto *Vacuum* (Vacío). Cuando luce en color verde fijo, el espectrómetro de masas ISQ está bajo suficiente vacío. Si parpadea lentamente en naranja, Vd. aún no ha alcanzado vacío. Si parpadea rápidamente en naranja, Vd. tiene una gran fuga que ha impedido al instrumento llegar al vacío. Si éste es el caso, Vd. debe encontrar y reparar la fuga, y después apagar y volver a encender el equipo. Lo más común es que las tuercas de la columna necesiten ser apretadas, la columna no fue instalada correctamente, o la válvula de ventilación no estaba completamente cerrada.

Figura 2. Uso de los pilotos en el instrumento Serie ISQ



Para comprobar la temperatura, observe el piloto *Heaters* (Calentadores). Cuando este piloto está en verde fijo, el instrumento Serie ISQ está en su temperatura. Si parpadea en naranja, la Fuente de iones o la línea de transferencia no están en su temperatura. Si el piloto no está encendido, los calentadores están apagados.

Nota Hasta que el piloto *Vacío* no esté en verde fijo (se alcanzó alto vacío), los calentadores no se encenderán, y el piloto *Calentadores* tampoco lo hará.

Cambio de la columna

El espectrómetro de masas ISQ se entrega con una columna TR-SQC probada en fábrica de 15 m x 0.25mm de i.d., que el Ingeniero de Servicio usa para pasar las especificaciones del instrumento. Sin embargo, una vez se ensucie, Vd. deberá adquirir e instalar una columna nueva que se adapte al tipo y cantidad de muestras que Vd. procesará. Vd. debe elegir una columna que le dé las mejores resolución, rapidez de análisis y cuantificación posibles.

Nota Muchos guantes de nitrilo y látex no certificados para uso aséptico contienen agentes que liberan moho de silicona, que contaminará el instrumento. Por esta razón, le recomendamos encarecidamente el uso de guantes asépticos cuando trabaje con el ISQ. Recomendamos guantes Cardinal Health CP100 Nitrile Cleanroom. Vea la Guía de Piezas de Repuesto ISQ para información de pedido.

Para determinar el tipo de columna que se adapta a sus necesidades, considere lo siguiente:

- **Material de la Columna** —Las columnas fabricadas en sílice fundida son económicas y ampliamente usadas. Las columnas hechas en este material tienen una amplia gama de fases estacionarias y están disponibles en muchos tamaños que pueden ser usados con un espectrómetro de masas.

A menudo se usan columnas de gran diámetro hechas en acero para análisis de gases de proceso, pero no son comúnmente usadas con espectrómetros de masas. También existen columnas en sílice fundido recubiertas de metal, con las ventajas de la sílice fundida, a las que el metal hace más resistentes a roturas. Estas columnas son menos comunes y más caras.

- **Fase estacionaria**—La fase estacionaria es la consideración más importante para seleccionar una columna. La interacción entre la fase estacionaria y el analito determina en qué medida los analitos se separan unos de otros (resolución) y también afecta a la velocidad a la que ocurre la separación (tiempo de análisis). Elija una fase estacionaria que sea compatible con la naturaleza de sus analitos y con la máxima temperatura alcanzable en el horno del GC que Vd. vaya a usar.

- **Diámetro interno**—Cuanto menor sea el diámetro de la columna, mejor será la separación. Sin embargo, las columnas de menor diámetro son más restrictivas para los tipos de matrices o analitos a determinar. A resultas de ello, las columnas de menor diámetro están expuestas a sobrecargas, lo que conlleva alteraciones de tiempos de retención y cambios en la forma de los picos. Las columnas de mayor diámetro aceptan mayores concentraciones de material, pero requerirán columnas más largas o incrementos de la temperatura del horno de GC más lentos (lo que alarga el tiempo de análisis) para poder compararse al poder de separación de las columnas más cortas. Tamaños típicos de columna para GC/MS tienen diámetros internos (ID) de 0.25 mm. Las columnas con menores ID, tales como de 0.15 y 0.10 mm, son cada vez más populares. Además, también son usadas comúnmente columnas de ID de 0.32 y 0.53 mm.
- **Grosor del recubrimiento**—Con grosores de recubrimiento mayores, hay una mayor capacidad para el analito. Esta capacidad puede ayudar en la separación de muestras de alta concentración y en la separación de muestras muy volátiles, dado que las fases estacionarias más gruesas permiten más interacción del analito con la fase estacionaria. El grosor del recubrimiento óptimo depende del diámetro interno de la columna y de la proporción de fase deseada.

Los **recubrimientos** gruesos con pequeños diámetros internos producirán interacciones muy fuertes con los analitos, que podrían resultar en tiempos de análisis más largos y picos más anchos. Las columnas de gran ID con recubrimientos delgados tendrán una interacción muy pequeña con los analitos, que resultará en tiempos de análisis muy cortos con poca separación. 0.25 μm es un grosor típico de recubrimiento para una columna con un ID de 0.25 mm. Otros grosores de recubrimiento típicos son 0.1, 0.5, y 1.0 μm .

- **Longitud**—La longitud de la columna afecta a cuánto tiempo ha de interactuar el analito con la fase estacionaria. Las columnas más largas normalmente tienen mejores resoluciones y mayores capacidades, pero tiempos de análisis más largos. Las columnas más largas también son más caras. Longitudes de columna de 15 o 20 metros son típicas para GC/MS, pero columnas de 100 m pueden necesitarse para mezclas muy complejas como gasolina. También están disponibles columnas muy cortas (de 2.5, 5, y 10 m).

Nota Contacte a su representante local de ventas para pedir una columna Thermo Fisher Scientific. Vd. puede remitirse también a nuestro catálogo, o visitar nuestra web en www.thermoscientific.com/columns.

Reemplazo de la columna instalada en fábrica

Nota El procedimiento descrito a continuación asume que no están presentes los accesorios opcionales diseñados para asistir el reemplazo de la columna sin ventilar el espectrómetro de masas. Para cambiar la columna con uno de estos accesorios, consulte la guía de usuario de dicho accesorio.

❖ Para reemplazar la columna instalada en fábrica

Nota Si Vd. está procesando muestras, detenga la adquisición antes de apagar el sistema.

1. Enfríe el horno de GC y el inyector. Vea la documentación de GC para más información. Después de que se hayan enfriado, apague el GC.



ADVERTENCIA: RIESGO DE QUEMADURAS: El inyector, el horno y la línea de transferencia pueden estar calientes. Deje que se enfríen a temperatura ambiente antes de tocarlos.

Si Vd. usa hidrógeno como gas portador, debe enfriar y apagar el GC para prevenir la acumulación de hidrógeno en el sistema de vacío.

2. En el ISQ *Dashboard* o en la página de estado del ISQ en el software del instrumento, seleccione “**Shut Down**” (Apagar).
3. Haga clic en “**Yes**” para continuar el proceso de apagado. Los altos voltajes, calentadores, y bomba turbomolecular se desconectan. Una vez que la bomba turbomolecular alcanza el 50% de velocidad, o han transcurrido cinco minutos, la bomba de vacío previo se apaga y Vd. puede ventilar el sistema.

Nota El piloto ámbar en el frontal del instrumento comienza a parpadear rápidamente, indicando que la bomba mecánica se ha apagado tras un período de cinco minutos con la bomba turbomolecular apagada (como cuando el instrumento es apagado), o debido a un fallo sostenido en el vacío por cinco minutos. Cuando la bomba turbomolecular desacelera por debajo del 50% de velocidad debido al proceso de apagado, el piloto de vacío se apaga.

4. Alcance la trasera del instrumento desde la parte derecha y apriete hacia abajo el interruptor de corriente para apagar el instrumento ISQ.
5. Si Vd. usa hidrógeno como gas portador, afloje el tornillo de seguridad del hidrógeno en la puerta frontal.

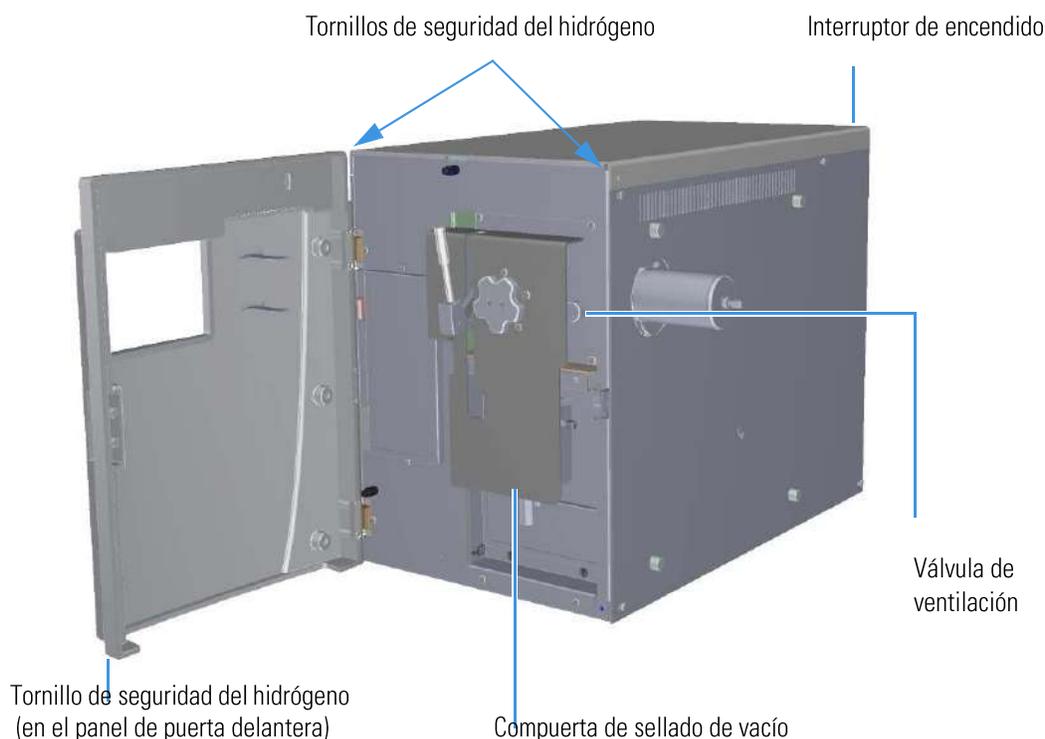


ADVERTENCIA: RIESGO DE FUEGO: Si Vd. usa hidrógeno, NO se posicione por encima del instrumento para apagarlo. Por el contrario, alcance el interruptor desde el lado derecho o vaya a la parte trasera del instrumento y empuje hacia abajo el interruptor.

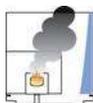
2 Cambio de la columna

Reemplazo de la columna instalada en fábrica

Figura 3. Apagando el instrumento ISQ



6. Abra la puerta frontal del instrumento.
7. Mire detrás de la compuerta de sellado de vacío y gire el grifo de la válvula de ventilación una vuelta y media en dirección anti-horaria para abrir el respiradero.
8. Espere cinco minutos a que termine la aireación.



PRECAUCIÓN - DAÑO AL INSTRUMENTO No prosiga hasta que el instrumento esté ventilado, o trozos de columna o de férula podrían ser succionados dentro del instrumento. Confirme que el instrumento esté ventilado comprobando la fuerza con la que la cubierta de vidrio comprime la junta tórica en el compartimento de vacío. Cuando la superficie de la junta tórica en contacto con el vidrio sea de 1 mm más o menos, es seguro abrir el instrumento y retirar la columna.

9. Cierre el paso de gas portador y si se usa, de gas detector. Vea la documentación del GC para más información sobre el uso de gases detectores.



ADVERTENCIA PELIGRO DE QUEMADURAS: El inyector, horno y línea de transferencia pueden estar calientes. Déjelos llegar a temperatura ambiente antes de tocarlos.

10. Desenrosque las tuercas de la línea de transferencia y retire la columna.
11. Coloque una férula ciega y una tuerca sellando el extremo de la línea de transferencia para prevenir la entrada de contaminantes en el MS durante el acondicionamiento de la columna.

12. Retire la columna del soporte de la columna y del GC.

13. Conecte la nueva columna al inyector dentro del GC.

Nota Use guantes limpios, libres de polvo o pelusas cuando manipule la columna y la férula del inyector.

- a. Suelte la columna lo justo para conectar con facilidad su extremo al inyector y al MS.
- b. Limpie unos 100 mm (4 in.) de la columna con una toallita empapada en metanol.
- c. Inserte la columna a través de la tuerca de anclaje del inyector y de la férula (el extremo mayor arriba). Si se usa la tuerca de anclaje M4, deslícela sobre la columna a través de la ranura lateral. Limpie de nuevo la columna con una toallita empapada en metanol.

Consejo Pase un septum con ranura por la columna antes de la tuerca de anclaje del inyector para permitir medir la distancia apropiada entre la tuerca y el extremo de la columna.

- d. Use un cortacolumnas cerámico para marcar y romper la columna a aprox. 1 cm (0.4 in.) del extremo. Usando una lupa, compruebe que el corte sea recto y limpio. Repítalo si fuera necesario.
- e. Inserte un septum con ranura en la columna para mantener la tuerca de anclaje en posición. Ajuste la tuerca de anclaje al inyector, pero no la apriete.
- f. Asegúrese de que el extremo de la columna esté a la distancia apropiada dentro del inyector. Para el GC TRACE 1300/1310 las profundidades del inyector se miden desde la parte superior de la férula y son: *splitless* (sin división) = 5 mm; *split* (dividido) = 10 mm; PTV y PTVBKF = 30 mm.

Nota Si Vd. usa un GC distinto del TRACE 1300/1310, diríjase a la documentación de usuario del GC para saber la profundidad de inserción correcta.

- g. Ajuste la posición de la columna de modo que el septum haga contacto con la parte baja de la tuerca de anclaje. Use sus dedos para apretarla hasta que empiece a agarrar la columna.
- h. Apriete la tuerca de la columna hasta que empiece a agarrarla, más un cuarto de vuelta.
- i. Retire el septum con ranura de la columna.

14. Establezca los parámetros de GC:

- a. Ajuste la temperatura de horno e inyector a 50 °C (122 °F).
- b. Ajuste el flujo de gas portador a 1.0 mL/min.
- c. Apague la compensación de vacío, que se encuentra en el menú *Carrier* del GC.
- d. Use el conector medidor de flujo de la columna para verificar que hay flujo a través la columna. Si no dispone de medidor de flujo, sumerja la salida de la columna en un pequeño vial de metanol. La presencia de burbujas indicaría que hay flujo a través de la columna. Si no hubiera flujo, compruebe que el gas portador está conectado, que la entrada del GC está presurizada, y que la columna no esté atascada. Si aún no hubiera flujo, consulte la documentación del GC o contacte con el Servicio Técnico.

2 Cambio de la columna

Reemplazo de la columna instalada en fábrica

- e. Permita purgarse a la columna al menos 10 minutos. Si Vd. usó metanol para detectar flujo en la columna, retire la columna del metanol en el tiempo de purgado.
 - f. Inserte la columna en el aplique del conector medidor de flujo de la columna que bloquea el flujo de la columna.
15. Realice una prueba de fugas en la columna:
- a. En el TRACE 1310, seleccione el icono *Leak Check* en el menú *Maintenance*. O de otro modo, realice la prueba de fugas a través del *Sistema de Datos Cromatográficos*. Instrucciones en las guías de usuario de los GC Serie TRACE 1300 y TRACE 1310.

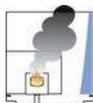
Nota Si usa un TRACE GC Ultra o un FOCUS GC, diríjase a su documentación de usuario del GC para obtener instrucciones de cómo realizar una prueba de fugas.

- b. Inicie la prueba de fugas.

Las válvulas *Split* (de división) y de purga del canal seleccionado son cerradas automáticamente, y el canal se presuriza con gas portador hasta el punto establecido de prueba de fugas.

El sistema monitoriza la presión durante un minuto. Si la presión no cae por debajo del valor de sensibilidad máximo permitido, la prueba de fugas habrá sido superada. Si la prueba de fugas no es satisfactoria, use el detector de fugas para detectarlas y corregirlas.

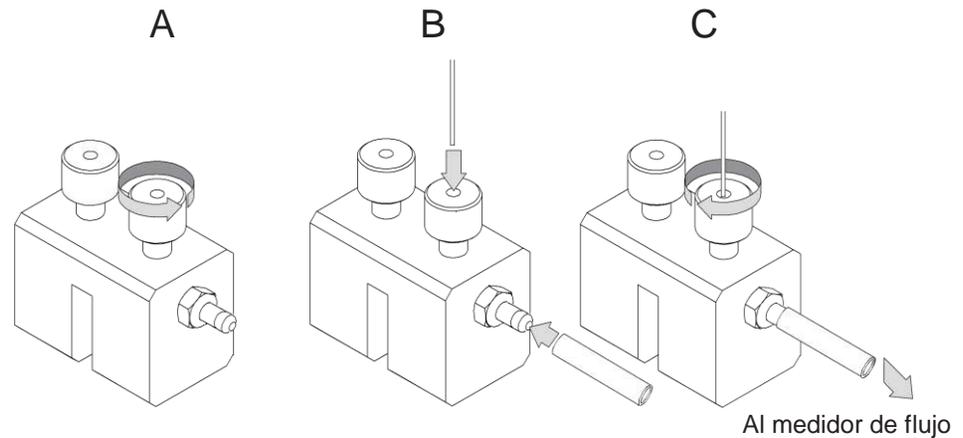
Consejo Las fugas pueden deberse a no haber apretado bien el aplique del conector medidor de flujo de la columna. Compruebe este punto antes de buscar la fuga en otros lugares.



PRECAUCIÓN - DAÑO AL INSTRUMENTO No permita al conector medidor de flujo de la columna superar los 80 °C (176 °F). De otro modo, se derretirá y dañará el instrumento.

- c. Repita la prueba de fugas hasta que no se manifiesten más fugas.
16. Calibre el flujo del gas portador (evaluación de la columna):
- a. Cuidadosamente empuje el extremo capilar de la columna dentro de la sección medidora de flujo del conector medidor de flujo de la columna. Vea la [Figura 4](#).

Figura 4. Conector medidor de flujo de la columna



- b. Conecte el medidor de flujo al aplique en el conector medidor de flujo de la columna.
- c. Si Vd. tiene un TRACE 1310, seleccione los botones *Back Column* o *Front Column* en el menú *Configuration*. De otro modo, lleve a cabo la evaluación de la columna a través del *Sistema de Datos Cromatográficos*. Vea las instrucciones en las guías de usuario de los TRACE 1300 y TRACE 1310.
- d. Seleccione *Column* e introduzca las características físicas de la columna.
- e. Si está presente una pre-/post columna, ajuste la longitud y diámetro interno nominal de la pre-/post columna en los mismos rangos válidos para la columna.

Nota Para obtener los resultados más fiables, Vd. debiera llevar a cabo una evaluación más detallada de la columna. Sin embargo, los pasos siguientes, aunque recomendados, no son necesarios.

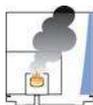
- f. Inicie la evaluación de la columna:
 - i. En la página de la columna, cliquee *Column Evaluation*.
 - ii. Conecte un medidor de flujo al conector medidor de flujo de la columna según se indica arriba.
 - iii. Presione *Start*. Se presuriza la entrada, suministrando un flujo de columna calculado de 5 mL.
 - iv. Una vez estabilizada la presión, mida el flujo saliente del conector medidor de flujo de la columna. Introduzca el dato obtenido. Se mostrará el ID corregido de la columna.
 - v. Seleccione *Apply* y el factor K será ajustado para dar el valor corregido del flujo de columna. De acuerdo a las características físicas de la columna, el sistema calcula y muestra el factor K relevante de la columna. Al final de la secuencia, un mensaje indicará que la evaluación fue exitosa.

2 Cambio de la columna

Reemplazo de la columna instalada en fábrica

Espere un factor K de aproximadamente 0.7 – 0.9 para una columna 15 m de i.d. 0.25 mm (1.3 – 2.0 para una columna de 30 m de i.d. 0.25mm). Si la columna no muestra un factor K dentro de este rango, o a 0.1 unidades del último valor guardado, chequee en busca de fugas o una rotura de la columna usando el detector de fugas. El Factor K es una medida de la resistencia de la columna. Un Factor K demasiado bajo puede indicar un escape en el sistema, mientras que un Factor K demasiado alto puede indicar una obstrucción.

- g. Solucione cualquier problema detectado y vuelva a ejecutar una evaluación de columna hasta que se logre un Factor K apropiado.
17. Desconecte el medidor de flujo de la columna:
 - a. Desconecte la columna del conector medidor de flujo de la columna.
 - b. Retire el conector medidor de flujo de la columna - incluyendo sus apliques - del horno y póngalos aparte.
 - c. Cierre la puerta del GC.
 18. Acondicione la columna antes de insertarla al Sistema ISQ. El acondicionamiento de la columna consiste en hacer pasar gas portador a través de la columna calentada a una temperatura programada, como se indique en las instrucciones del fabricante de la columna.
 - a. Si no existen instrucciones de acondicionamiento, realice el acondicionamiento de la columna estableciendo una temperatura final 10 °C–20 °C por debajo de la temperatura máxima recomendada para la columna.



PRECAUCIÓN - DAÑO AL INSTRUMENTO El material expulsado por la columna (exudado de columna) durante su acondicionamiento puede contaminar la fuente de iones si la columna es insertada a la línea de transferencia durante la fase de alta temperatura del acondicionamiento.



ADVERTENCIA: RIESGO DE FUEGO: No use hidrógeno como gas portador para acondicionar su columna. Podría emanar al horno y provocar riesgo de explosión.

- b. Ejecute el programa lento de temperatura recomendado por el fabricante. Un programa típico mantendría la columna a 40 °C (104 °F) durante 15 minutos, y después la elevaría 10 °C/min (50 °F/min) hasta 10–20 °C por debajo de la temperatura máxima permitida para la columna. Mantenga la columna a esa temperatura durante dos horas.



PRECAUCIÓN - DAÑO AL INSTRUMENTO Nunca exceda la temperatura operativa máxima citada por el fabricante de la columna.

Conexión de la columna a la línea de transferencia

Cuando conecte la columna a la línea de transferencia, Vd. podrá usar bien la tuerca normal de la línea de transferencia, o bien la tuerca de línea de transferencia con muelle y ferrula de grafito Vespel™.

❖ Para conectar la columna usando la tuerca normal de la línea de transferencia

1. Baje la temperatura del horno y deje que se enfríe.
2. Confirme que el MS esté ventilado y retire la tuerca de la línea de transferencia existente y también la ferrula.
3. Afloje la columna alrededor de una vuelta del extremo de salida de la columna.

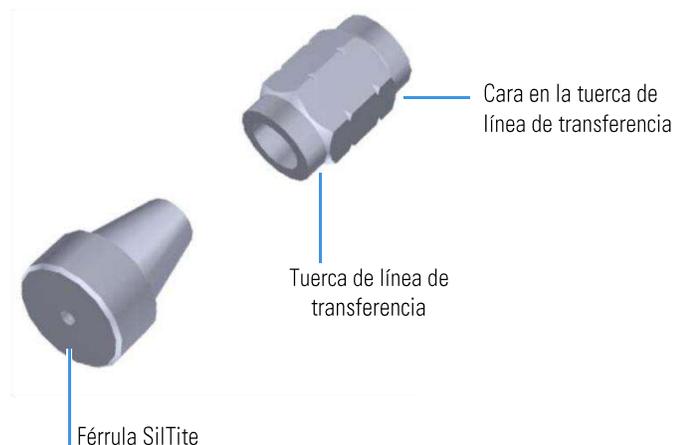
Nota Use guantes limpios, libres de polvo o pelusas cuando manipule la columna y la ferrula de la línea de transferencia.

4. Limpie unos 300 mm (12 in.) de la columna con una toallita empapada en metanol.
5. Elija una ferrula apropiada para el diámetro exterior de su columna.

Nota Si la temperatura máxima de su horno en su método es ≥ 290 °C (554 °F), Thermo Fisher Scientific recomienda usar la tuerca de línea de transferencia con muelle y una ferrula de grafito Vespel™, o una tuerca y ferrula SilTite™. El ciclado del horno a partir de esta temperatura, por la expansión y contracción del material de grafito Vespel puede causar fugas en la línea de transferencia.

6. Inserte la columna a través de la tuerca de la línea de transferencia y de la ferrula, pasándola por el extremo perforado de la ferrula. Limpie de nuevo la columna con una toallita y metanol.

Figura 5. Orientación de la tuerca de la Línea de transferencia y de la ferrula SilTite



7. Inserte la columna en la herramienta de medición de la columna (vea la [Figura 6](#)), y que se incluya en el Kit de Herramientas ISQ, de modo que coincida con las líneas en el extremo de la columna. La [Figura 7](#) indica la posición correcta de la columna en la herramienta para una medición precisa.

2 Cambio de la columna

Conexión de la columna a la línea de transferencia

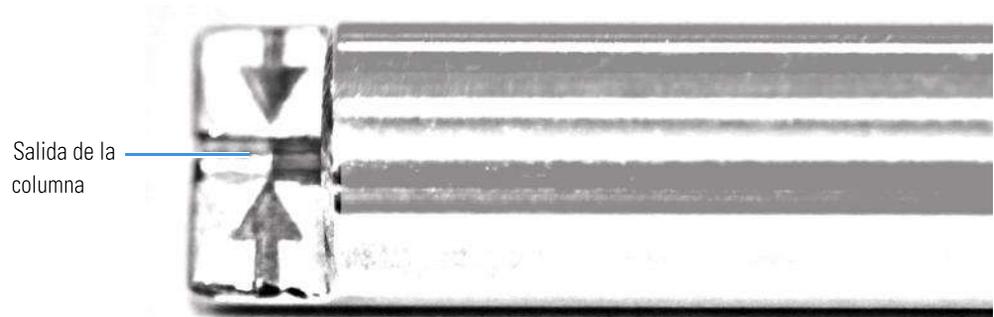
8. Use un cortacolumnas cerámico para marcar y cortar la columna. Use una lupa para comprobar que el corte sea limpio y recto. Repítalo si fuera necesario.
9. Use una llave de 5/16 pulgadas para sujetar la herramienta de medición de la columna.

Figura 6. Herramienta de medición de la columna



10. Mientras mantiene sujeta la herramienta de medición de la columna, apriete la tuerca de la línea de transferencia con una llave de 1/4 de pulgada hasta que la columna deje de moverse en la férula.
11. Gire la tuerca de la línea de transferencia una vuelta hacia atrás hasta que la columna pueda moverse en la férula con ligera resistencia.
12. Alinee la salida de la columna con las flechas en el extremo de la herramienta de medición de la columna.

Figura 7. Alineación de la columna en la herramienta de medición de la columna



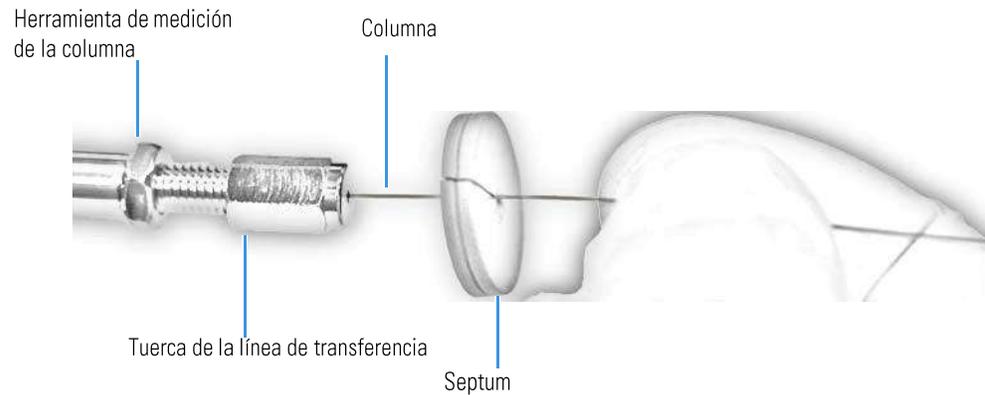
13. Coloque un septum con ranura tras la tuerca de la línea de transferencia. El septum marca el lugar de la columna donde debiera quedar la tuerca.

Figura 8. Colocación del tabique



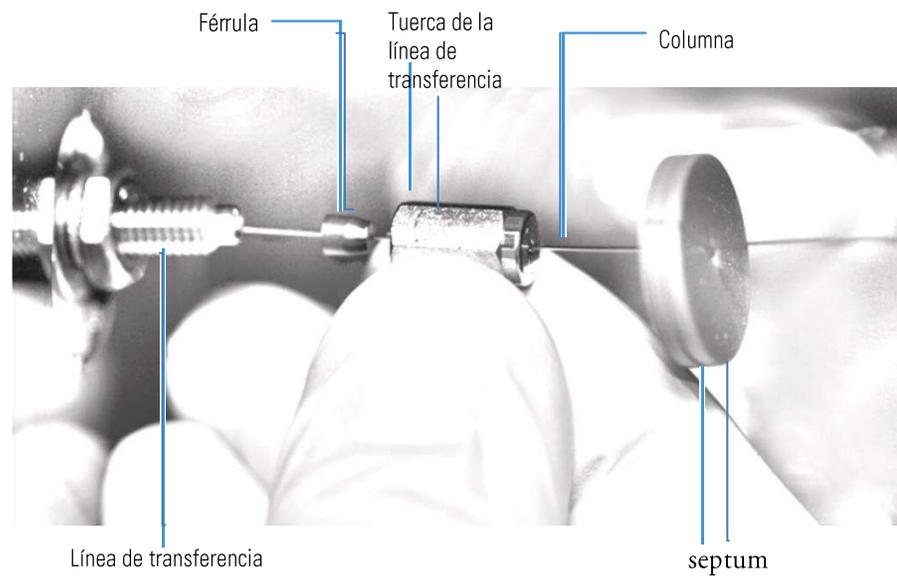
14. Tire la columna hacia atrás desde la tuerca de la línea de transferencia. No mueva el septum de su posición en la columna.

Figura 9. Tirando de la columna hacia atrás desde la tuerca de la línea de transferencia



15. Afloje la tuerca de la línea de transferencia de la herramienta de medición de la columna.
16. Retire la columna, tuerca de la línea de transferencia y férula de la herramienta de medición de la columna, cuidando de no mover el septum de su lugar en la columna.
17. Inserte la columna en la línea de transferencia.

Figura 10. Insertando la columna en la línea de transferencia

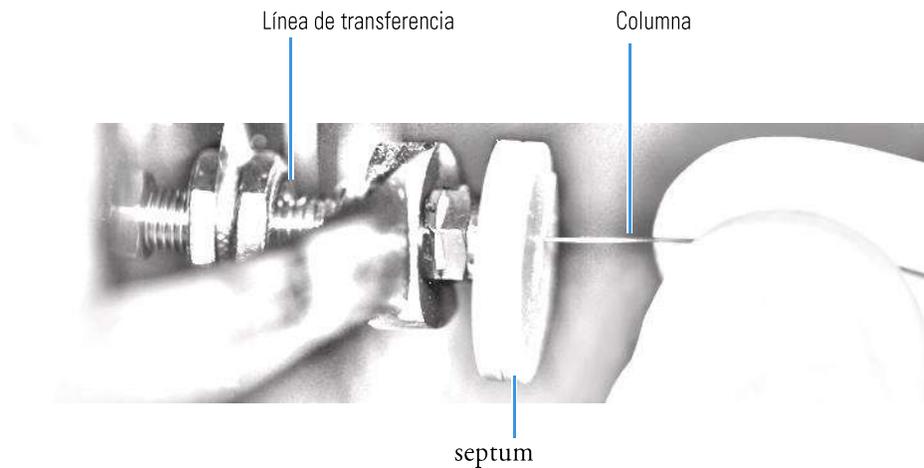


18. Apriete la tuerca de la línea de transferencia lo justo para asegurarse de no poder moverla.
19. Afloje la tuerca girando exactamente una vuelta hacia atrás.
20. Posicione la columna en la línea de transferencia. Use el septum como guía para medir la longitud correcta que debe Vd. introducir la columna. Tenga cuidado en no cambiar la posición del septum en la columna.

2 Cambio de la columna

Conexión de la columna a la línea de transferencia

Figura 11. Posicionando la columna en la línea de transferencia



21. Apriete la tuerca girando una vuelta hacia adelante retornando adonde estaba, lo justo para asegurarse de no poder moverla.
22. Apriete la tuerca un cuarto de vuelta adicional.
23. Retire el septum con ranura.
24. Cierre la puerta frontal del GC.

Nota Si Vd. usa una férrula SilTite, siga las instrucciones que acompañan las férrulas SilTite. Si Vd. está usando una férrula de grafito Vespel, éstas requieren un acondicionamiento para asegurar un sellado a prueba de fugas. Vea la *Guía de Piezas de Repuesto ISQ* para informarse de cómo adquirir estas férrulas.

25. Acondicionamiento de la férrula de grafito Vespel:
 - a. Suba la temperatura del horno a la máxima temperatura a la que operará la columna GC.
 - b. Espere 10 minutos.
 - c. Baje la temperatura del horno a 40 °C (104 °F) y déjelo enfriar antes de proseguir.



ADVERTENCIA PELIGRO DE QUEMADURAS: El horno puede estar caliente. Déjelo llegar a temperatura ambiente antes de abrirlo. El inyector estará aún caliente, no lo toque.

- d. Vuelva a apretar la tuerca de la línea de transferencia.

Consejo Si Vd. no posee un septum, use el siguiente procedimiento alternativo:

1. Apriete la tuerca a la herramienta de medición de la columna hasta que la columna no pueda moverse.
2. Continúe apretando 1/4 de vuelta más.
3. Coloque la herramienta de medición de la columna con la columna insertada dentro del horno GC.
4. Confirme que hay flujo de columna a través de la columna.
5. Programe la temperatura de la columna a su temperatura de acondicionamiento segura. Permita que la temperatura permanezca en el modo final de espera “*hold mode*” durante 30 minutos. Ello asegurará que la férula esté adherida a la columna.
6. Enfríe la columna y afloje la tuerca 1/4 de vuelta o hasta que la herramienta de medición de la columna pueda ser retirada de la tuerca.
7. Desatornille la herramienta de medición de la columna de la tuerca. La férula debe estar situada en la columna.
8. Inserte la columna en la línea de transferencia y apriete la tuerca.
9. Restablezca las condiciones operativas.
 - a. Suba la temperatura del horno a la temperatura inicial que usará.
 - b. Encienda la compensación de vacío en el GC.
 - c. Gire la válvula de ventilación en sentido horario para cerrarla. Asegúrese de no pinzar la junta tórica.
 - d. Si Vd. usa hidrógeno como gas portador, reemplace el tornillo del panel frontal.
 - e. Reemplace los restantes tornillos de seguridad de hidrógeno si Vd. va a usar hidrógeno.
10. Encienda el espectrómetro de masas ISQ.



ADVERTENCIA: RIESGO DE FUEGO: Si Vd. usa hidrógeno, NO se posicione por encima del instrumento para encenderlo. Por el contrario, alcance el interruptor desde el lado derecho o vaya a la parte trasera del instrumento y empuje hacia arriba el interruptor.

11. Una vez que el instrumento ISQ esté bombeado y listo para escanear, haga clic en *Air & Water / Tune* en el *Dashboard* ISQ, vea los espectros de aire y agua y busque evidencia de fugas con una gran señal m/z 28. Si Vd. observa una fuga, pare el escaneo y suavemente apriete la tuerca en pequeños incrementos hasta que no aparezcan fugas cuando escanee.

❖ **Para conectar la columna usando la tuerca con muelle de la línea de transferencia**

Nota Si Vd. usa una férula de grafito Vespel con su columna, Thermo Fisher Scientific recomienda usar la tuerca con muelle de línea de transferencia con ella. Vea la *Guía de Piezas de Repuesto ISQ* para información de pedidos.

1. Baje la temperatura del horno y déjelo enfriar.

2 Cambio de la columna

Conexión de la columna a la línea de transferencia

2. Confirme que el MS está ventilado. Retire la tuerca de línea de transferencia y férrula presentes.
3. Desbobine alrededor de una vuelta de la columna del extremo de salida de la columna.

Nota Use guantes limpios, libres de polvo o pelusas cuando manipule la columna y la férrula de la línea de transferencia.

4. Limpie unos 300 mm (12 in.) de la columna con una toallita empapada en metanol.
5. Elija una férrula apropiada para el diámetro exterior de su columna.
6. Inserte la columna a través de la tuerca con muelle de la línea de transferencia y de la férrula, pasándola por el extremo perforado de la férrula.
7. Limpie de nuevo la columna con una toallita empapada en metanol.

Figura 12. Orientación de la tuerca de la línea de transferencia y de la férrula de grafito Vespel



8. Inserte la columna en la herramienta de medición de la columna (vea la [Figura 13](#)) y que se incluye en el Kit de Herramientas ISQ, de modo que coincida con las líneas en el extremo de la columna. La [Figura 14](#) indica la posición correcta de la columna en la herramienta para una medición precisa.
9. Use un cortacolumnas cerámico para marcar y cortar la columna. Use una lupa para comprobar que el corte sea limpio y recto. Repítalo si fuera necesario.
10. Use una llave de 5/16 pulgadas para sujetar la herramienta de medición de la columna.

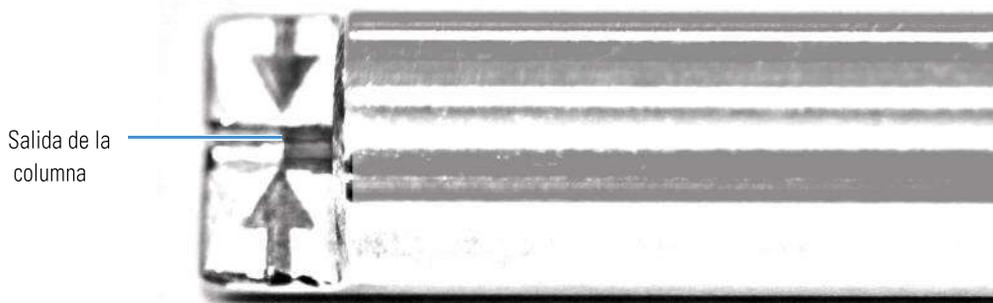
Figura 13. Herramienta de medición de la columna



11. Mientras sujeta la herramienta de medición de la columna, apriete la tuerca con muelle de línea de transferencia con una llave de 1/4 de pulgada hasta que la columna deje de moverse en la férrula.

12. Gire la tuerca con muelle de la línea de transferencia una vuelta hacia atrás hasta que la columna pueda moverse en la férula con ligera resistencia.
13. Alinee la salida de la columna con las flechas en el extremo de la herramienta de medición de la columna.

Figura 14. Alineación de la columna en la herramienta de medición de la columna



14. Coloque un septum con ranura tras la tuerca de la línea de transferencia. El septum marca el lugar de la columna donde debiera quedar la tuerca.
15. Tire la columna hacia atrás desde la tuerca de la línea de transferencia. No mueva el septum de su posición en la columna.

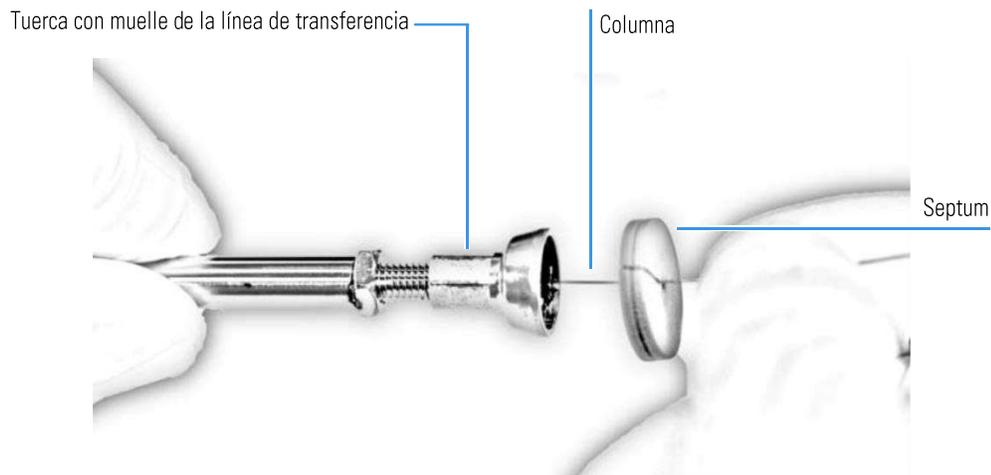
Figura 15. Colocación del septum



2 Cambio de la columna

Conexión de la columna a la línea de transferencia

Figura 16. Tirando de la columna hacia atrás desde la tuerca con muelle de la línea de transferencia



16. Afloje la tuerca de la línea de transferencia de la herramienta de medición de la columna.

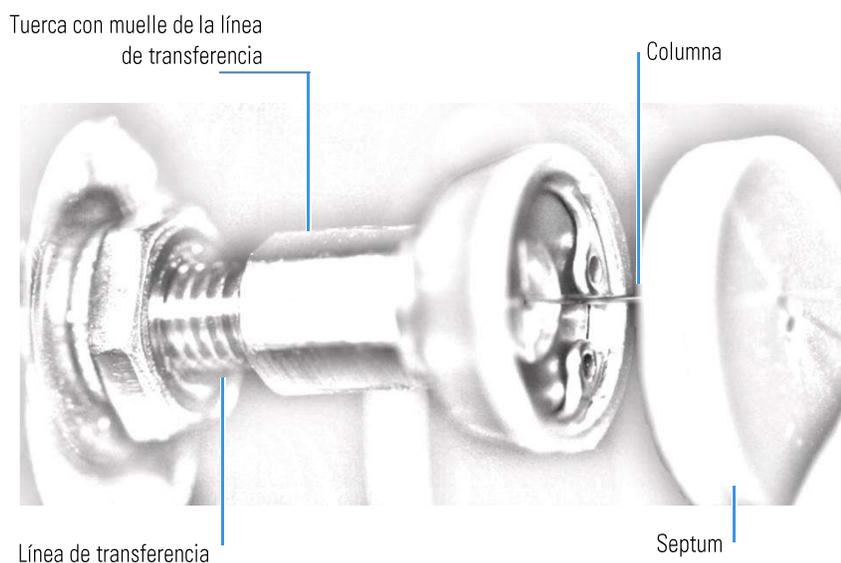
17. Retire la columna, tuerca de la línea de transferencia y férula de la herramienta de medición de la columna, cuidando de no mover el septum de su lugar en la columna.

Nota La férula debe aún poder moverse en la columna. Use el septum para marcar la posición correcta donde la columna debe salir de la tuerca.

18. Inserte la columna en la línea de transferencia.

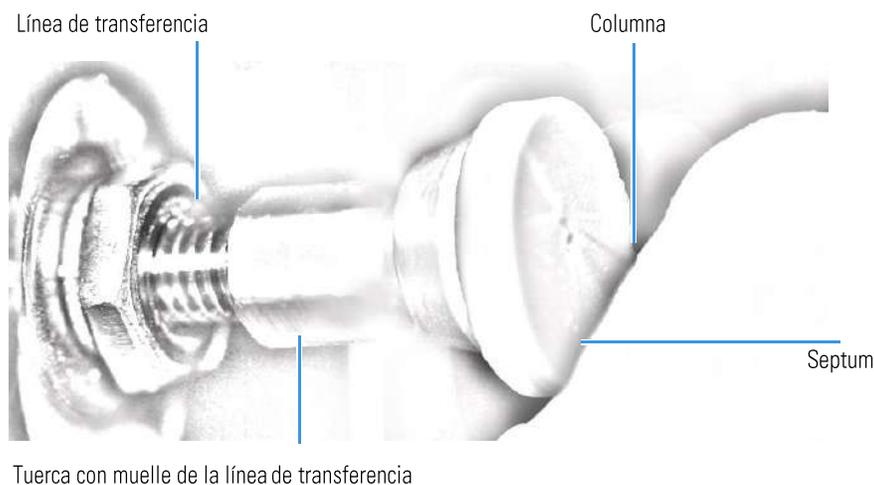
19. Apriete la tuerca con muelle de la línea de transferencia lo justo para asegurarse de no poder moverla.

Figura 17. Insertando la columna en la línea de transferencia



20. Afloje la tuerca girando exactamente una vuelta hacia atrás.
21. Posicione la columna en la línea de transferencia. Use el septum como guía para medir la longitud correcta que debe Vd. introducir la columna.

Figura 18. Posicionando la columna en la línea de transferencia



22. Apriete la tuerca con muelle de la línea de transferencia girando una vuelta hacia adelante retornando adonde estaba, lo justo para asegurarse de no poder moverla.
23. Apriete la tuerca con muelle de la línea de transferencia un cuarto de vuelta adicional.
24. Retire el septum con ranura.
25. Cierre la puerta frontal del GC.
26. Acondicionamiento de la férula de grafito Vespel:
 - a. Suba la temperatura del horno a la máxima temperatura a la que operará la columna GC.
 - b. Espere 10 minutos.
 - c. Baje la temperatura del horno a 40 °C (104 °F) y déjelo enfriar antes de proseguir.



ADVERTENCIA PELIGRO DE QUEMADURAS: El horno puede estar caliente. Déjelo llegar a temperatura ambiente antes de abrirlo. El inyector estará aún caliente, no lo toque.

27. Restablezca las condiciones operativas.
 - a. Suba la temperatura del horno a la temperatura inicial que usará.
 - b. Encienda la compensación de vacío en el GC.
 - c. Gire la válvula de ventilación en sentido horario para cerrarla. Asegúrese de no pinzar la junta tórica.
 - d. Si Vd. usa hidrógeno como gas portador, reemplace el tornillo del panel frontal.

2 Cambio de la columna

Conexión de la columna a la línea de transferencia

e. Reemplace los restantes tornillos de seguridad de hidrógeno si Vd. va a usar hidrógeno.

28. Encienda el espectrómetro de masas ISQ.



ADVERTENCIA: RIESGO DE FUEGO: Si Vd. usa hidrógeno, NO se posicione por encima del instrumento para encenderlo. Por el contrario, alcance el interruptor desde el lado derecho o vaya a la parte trasera del instrumento y empuje hacia arriba el interruptor.

29. Una vez que el instrumento ISQ esté bombeado y listo para escanear, haga clic en *Air & Water / Tune* en el *Dashboard ISQ*, vea los espectros de aire y agua y busque evidencia de fugas con una gran señal m/z 28. Si Vd. observa una fuga, pare el escaneo y suavemente apriete la tuerca en pequeños incrementos hasta que no aparezcan fugas cuando escanee.

Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

Realizar un ajuste mejorará el rendimiento de su espectrómetro de masas Serie ISQ. Para una óptima estabilidad, Vd. deberá iniciar el ajuste después de que los pilotos en la parte frontal del instrumento estén en verde. Estos pilotos indican que el instrumento ha alcanzado vacío y que está en la última temperatura establecida. Si el sistema ha estado apagado durante un período de tiempo (el sistema está frío), llevará más tiempo (hasta 4 horas) a los componentes del instrumento alcanzar vacío y temperatura estables. Si Vd. no ventiló el instrumento serie ISQ (el sistema está caliente), lleva aproximadamente 30 minutos a los componentes alcanzar vacío y temperatura.

IMPORTANTE Asegúrese de dar suficiente tiempo al instrumento serie ISQ para estabilizarse. De otro modo, Vd. puede encontrarse con desplazamiento de masas, cambios en los espectros de masas, o cambios en la fragmentación.

Contenido

- [Acceso al autoajuste Serie ISQ](#)
- [Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ](#)
- [Actualización de los ajustes para la nueva lente RF](#)

3 Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

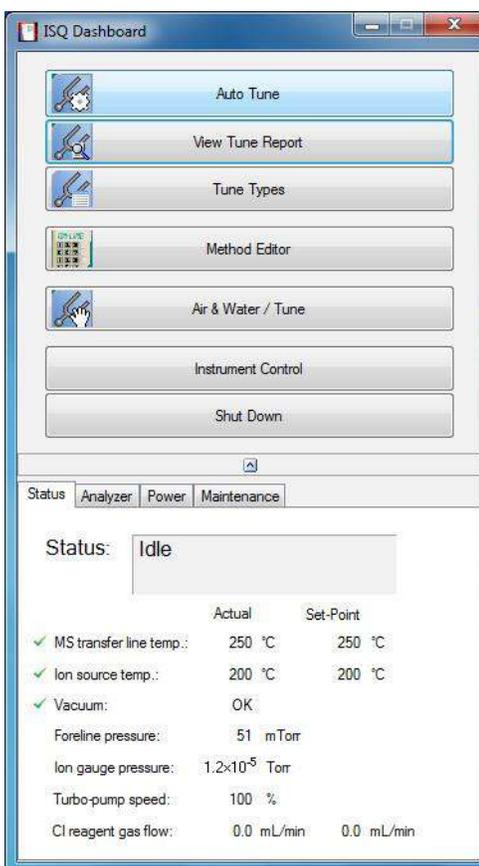
Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

Acceso al autoajuste Serie ISQ

❖ **Para acceder al autoajuste Serie ISQ**

Abra el *ISQ Series Dashboard* y haga clic en *Auto Tune* para abrir la ventana *ISQ Autotune*.

Figura 19. Acceso al autoajuste Serie ISQ desde el ISQ Series Dashboard



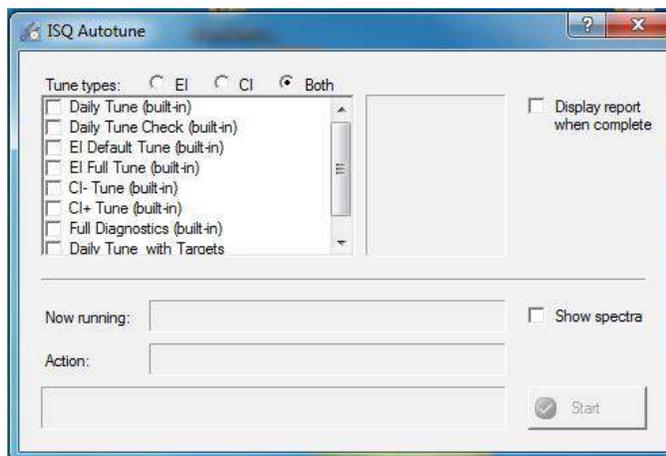
Se abre una lista con los ajustes disponibles.

Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

❖ **Para ajustar el espectrómetro de masas Serie ISQ usando el autoajuste Serie ISQ**

1. Seleccione el tipo de ajuste que Ud. desea usar de la lista con los tipos de ajuste disponibles. Vea la [Figura 20](#).

Figura 20. Lista de ajustes disponibles en el autoajuste Serie ISQ



- **DailyTune Check (Chequeo de ajuste diario)**—Este chequeo de ajuste se usa para comprobar cómo se comporta su último ajuste. Es el tipo de ajuste más rápido. El *daily tune check* lleva a cabo un chequeo de fugas, se asegura de que la calibración de masas es correcta, y ajusta la ganancia del detector para generar un ion m/z 69 con un recuento de intensidad de 20,000.000. Si su SOP lo permite, puede usarse este chequeo para verificar rápidamente que el ajuste de las lentes sigue generando buenos espectros.
- **Daily Tune (Ajuste diario)**—Usado para ajustar rápidamente el sistema. Realiza una calibración de masas y una comprobación de fugas, afina las lentes y la resolución, y ajusta la ganancia del detector para generar un ion m/z 69 ion con un recuento de intensidad de 20,000,000. Vd. puede llevar a cabo un *daily tune* tan a menudo como lo requiera su SOP (*Standard Operating Procedure* / Procedimiento Estándar de Uso). Si el sistema está ajustado a su satisfacción, no hay necesidad de realizar los ajustes por defecto (*default*) o completo (*full*).
- **EI Default Tune (Ajuste por defecto EI)**—Este ajuste crea un archivo *default tune*. Requiere que el instrumento esté limpio, comienza con los ajustes de fábrica, y establece el *repeller* a 0V y el voltaje de cuadrupolo en un valor bajo. Este ajuste se usa para generar una base para todos los demás ajustes. Por ello, Vd. solo debiera usar este ajuste cuando la fuente de iones esté limpia. El *EI default tune* comenzará con el archivo de ajuste almacenado en el instrumento en fábrica y después efectuará una calibración de masas y una comprobación de fugas, establecerá el *repeller* a 0V, y afinará las lentes. El voltaje de compensación (*offset voltage*) del cuadrupolo se dispondrá en un valor bajo para mejorar la resolución, que también es ajustada. La ganancia del detector será calibrada para generar ~ 300,000 electrones por cada ion que alcance el detector. Este ajuste se usa cuando una fuente de iones sucia ha sido reemplazada por una limpia o cuando el ordenador ha sido reemplazado. Además, este ajuste generará los espectros más parecidos en apariencia a los del ajuste de fábrica.

Nota Si Vd. comienza con una fuente limpia, éste es el ajuste a usar recomendado.

3 Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

- **EI Full Tune (Ajuste completo EI)**- Se emplea para el reajuste completo del sistema. Es el que más tiempo dura pero tiene la ventaja de que optimiza prácticamente todos los parámetros que afectan a la señal. Con el *Full Tune EI* se realizan la calibración de masas, el ajuste de las lentes y de la resolución así como el test de fugas. La ganancia del detector es ajustada para obtener 300.000 electrones por cada ion recibido. Se debe ejecutar este ajuste total cuando los resultados del ajuste diario o de las comprobaciones que se hacen a diario dan resultados insatisfactorios, cuando el multiplicador de electrones es ya viejo (ajustado ya a altos voltajes), o como primer ajuste tras sustituir el multiplicador de electrones. Salvo que lo requiera su SOP, éste no es el ajuste que recomendamos para realizar de rutina debido a su larga duración.
- **Fast Scan Tune (Ajuste de escaneo rápido)**— Este ajuste reajusta el sistema con voltajes fijos Q1 necesarios para un rápido escaneo. Al incrementar las energías de ion y acortar los tiempos de salto de los iones a través del analizador de masas, este ajuste proporciona una señal de ion incrementada, que es requerida para ajustar la resolución y realizar la calibración de masas a una alta tasa de escaneo. Este ajuste puede causar que los iones de masa alta exhiban un mayor frente que los otros ajustes prediseñados. Este ajuste realiza un chequeo de fugas y establece la ganancia del detector en 300,000. No afina la ganancia del detector. Ejecute un *fast scan tune* cuando escanee por encima de 10,000 amu/s para mejorar la calibración de masas para iones de alta masa.
- **CI- Tune (Ajuste CI)**—Usado para analizar muestras con CI negativo. El ajuste estándar NCI lleva a cabo una calibración de masas, y posteriormente ajusta las lentes y establece la resolución. Este tipo de ajuste asume que Vd. está usando metano como gas reactivo CI y ajusta el sistema con un flujo de 1.0 mL/min. Este ajuste no afina la ganancia del detector.

Nota Los ajustes de ionización química son muy diferentes de los ajustes de ionización por impacto electrónico. Vd. no debe usar un ajuste CI salvo que su instrumento tenga un volumen de ion CI y gas reactivo CI instalado.

Nota Si el instrumento fue usado por última vez en modo EI y ajustado con un voltaje alto de *repeller* antes de cambiar a una fuente de iones CI limpia, debe cargarse un archivo de ajuste con un voltaje bajo de *repeller* como ajuste manual, y ser guardado en el instrumento antes de ajustar en modo CI.

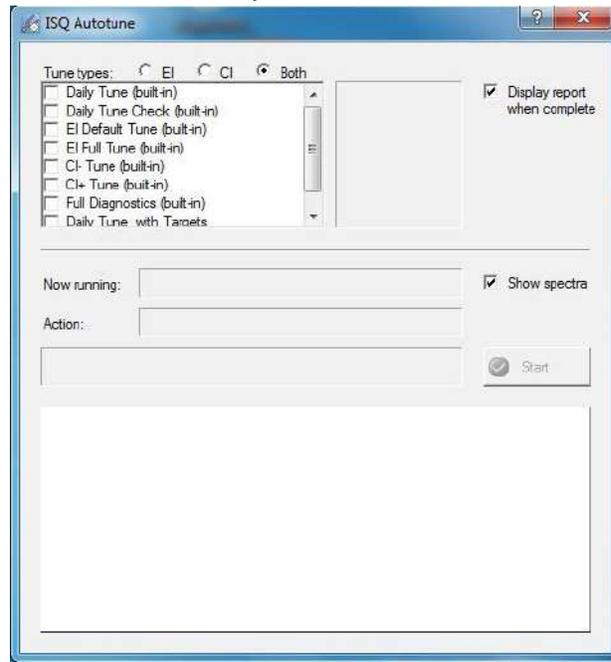
- **CI+ Tune(Ajuste CI+)**—Este ajuste se usa para analizar muestras con CI positivo. El ajuste PCI estándar realiza una calibración de masas, y posteriormente ajusta las lentes y establece la resolución. Este tipo de ajuste asume que Vd. está usando metano como gas reactivo CI y ajusta el sistema con un flujo de 1.5 mL/min. Este ajuste no afina la ganancia del detector.

Consejo Si Vd. desea usar gas reactivo amoníaco, conecte metano a un puerto de gas reactivo CI y amoníaco al otro. Ajuste el instrumento usando metano, y cambie después al puerto de amoníaco. Dé largo tiempo para que el nuevo gas reactivo purgue los tubos CI antes de comenzar su análisis.

Nota Para añadir un tipo de ajuste nuevo a la lista, vea [Modificación de un ajuste automático](#).

2. Seleccione la casilla *Display Report When Complete* de modo que pueda ver el informe de ajuste después de llevarlo a cabo.

Figura 21. Mostrar un informe de ajustes



3. Seleccione la casilla **Show Spectra** para mostrar los espectros mientras el sistema se ajusta.

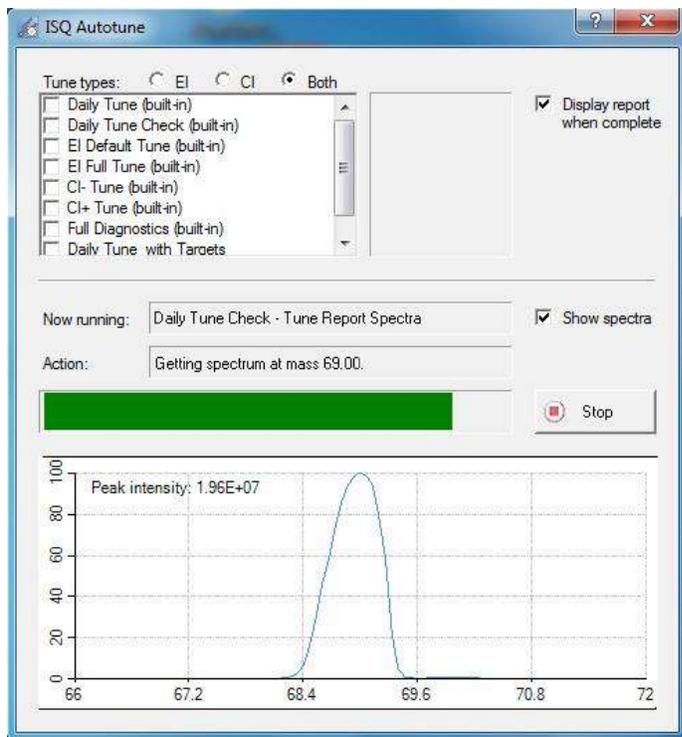
4. Haga clic en el botón **Start** para comenzar el ajuste.

Nota Asegúrese de que las Opciones de Energía en su ordenador no lo lleven a modo *Standby* mientras Vd. adquiere datos para su ajuste. De otro modo, éste se interrumpirá.

3 Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

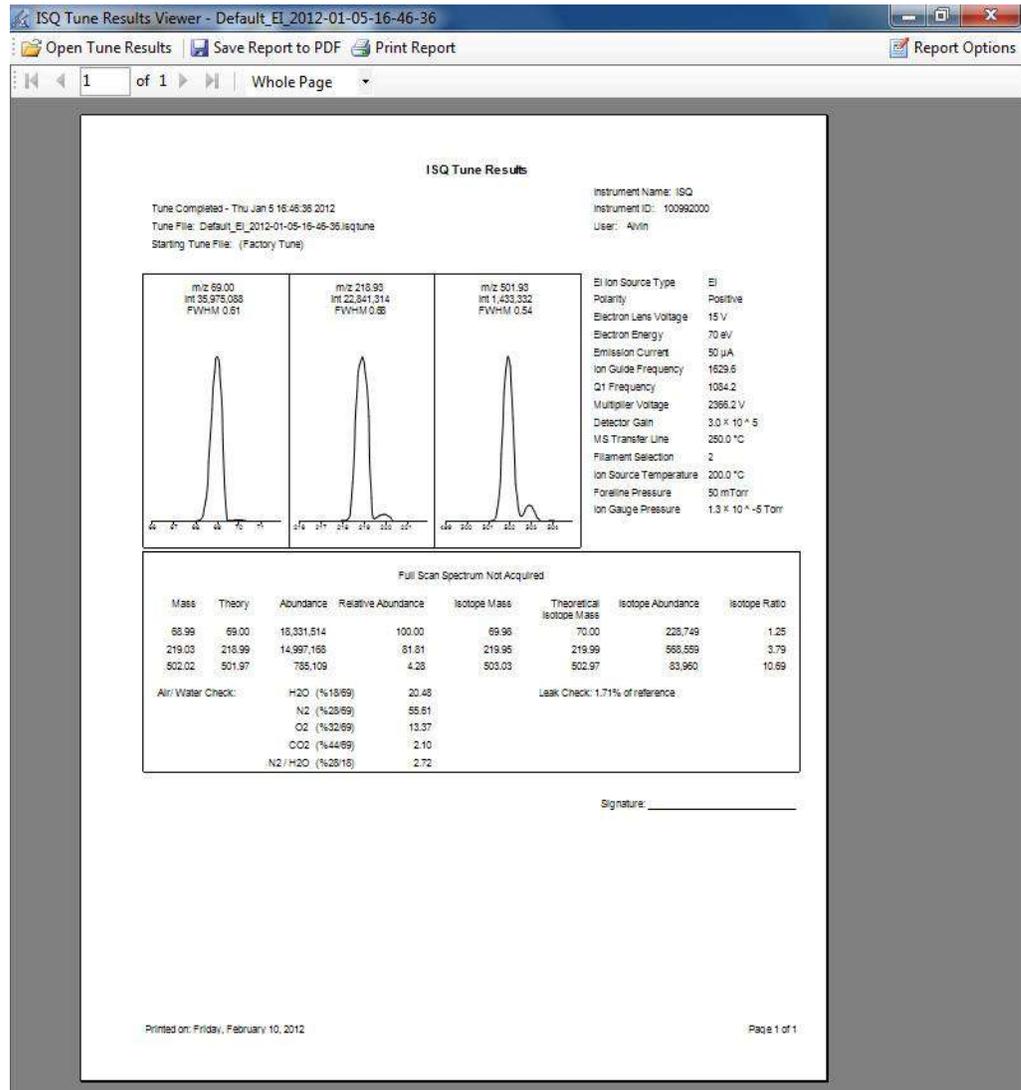
Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

Figura 22. Mostrar los espectros durante un ajuste automático



5. Una vez completado el ajuste, su informe se abrirá en el *ISQ Series Tune Results Viewer*. Si Vd. no seleccionó la casilla **Display Report When Complete**, Vd. puede hacer clic en **ViewTune Report** en el *ISQ Series Dashboard* y ver el informe.

Figura 23. Vista de un informe de ajuste.



3 Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

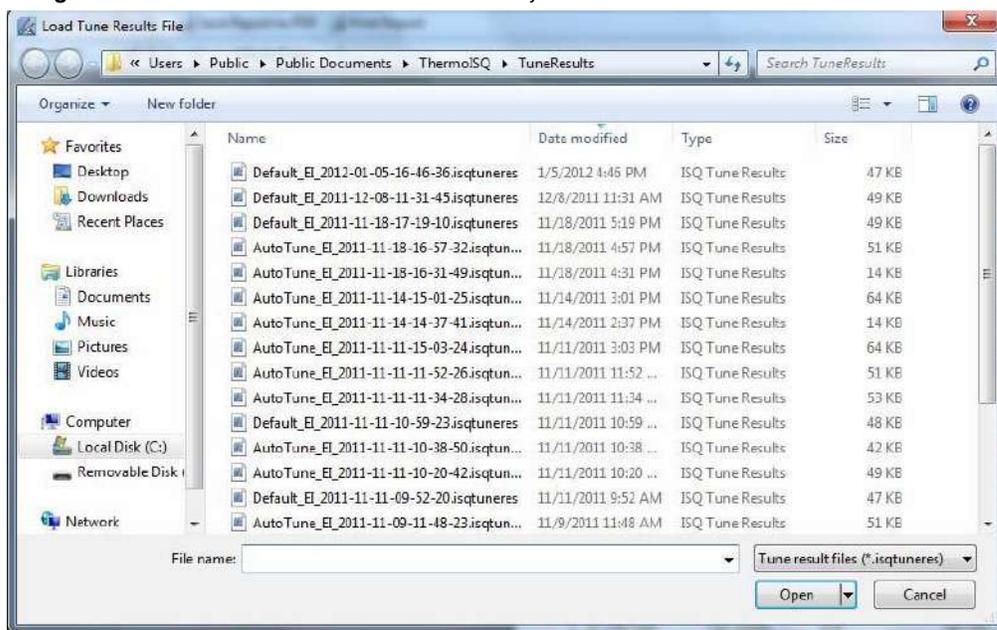
Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

6. Compare este ajuste con un informe de ajuste previo. Algunos cambios en la altura de los picos son normales, pero si la diferencia es significativa, vea [Resolución de problemas](#). Si Vd. ha hecho mantenimiento recientemente al instrumento, lo más probable es que tenga una fuga en la columna, válvula de ventilación o próximo al componente que fue mantenido.

En la ventana *Tune Results*, Vd. puede abrir los resultados del ajuste, imprimir el informe, o cambiar el modo en que Vd. visualiza el informe. Para guardar el informe, haga clic en el icono  y guárdelo como archivo Microsoft Excel o archivo Adobe Acrobat PDF.

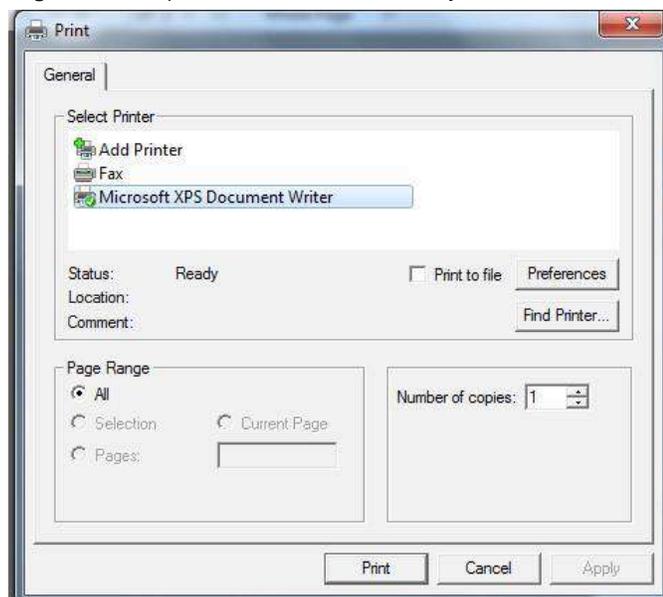
7. Haga clic en **Open Tune Results** en la parte alta de la ventana y busque otro informe de ajustes en su ordenador.
Después, haga clic en **Open**.

Figura 24. Abrir un archivo de resultados de ajuste



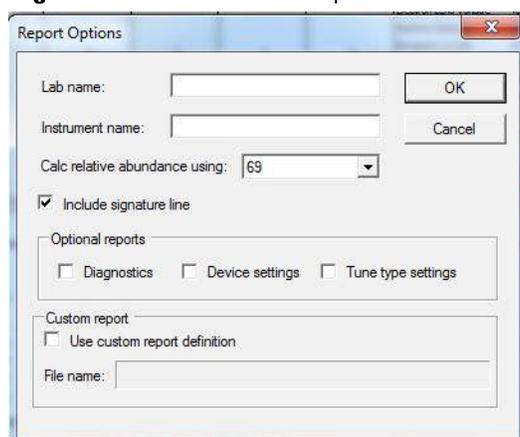
8. Haga clic en **Print Report** para abrir un cuadro de diálogo de impresión e imprimir su informe.

Figura 25. Impresión de un informe de ajuste



9. Haga clic en **Report Options** para seleccionar las tablas e informes que Vd. quiere mostrar y cambie el nombre de su instrumento. Después, haga clic en **OK**.

Figura 26. Selección de las opciones del informe de ajuste



10. Si la sensibilidad y resolución son adecuadas para ejecutar las muestras iniciales, Vd. está listo para desarrollar o ejecutar un método.

Actualización de ajustes para la nueva lente RF

Si Vd. ha adquirido la nueva lente 3/RF (PN 1R120574-0103), Vd. debe actualizar la frecuencia de guía de iones en la utilidad ISQ Manual Tune y reajustar su instrumento.

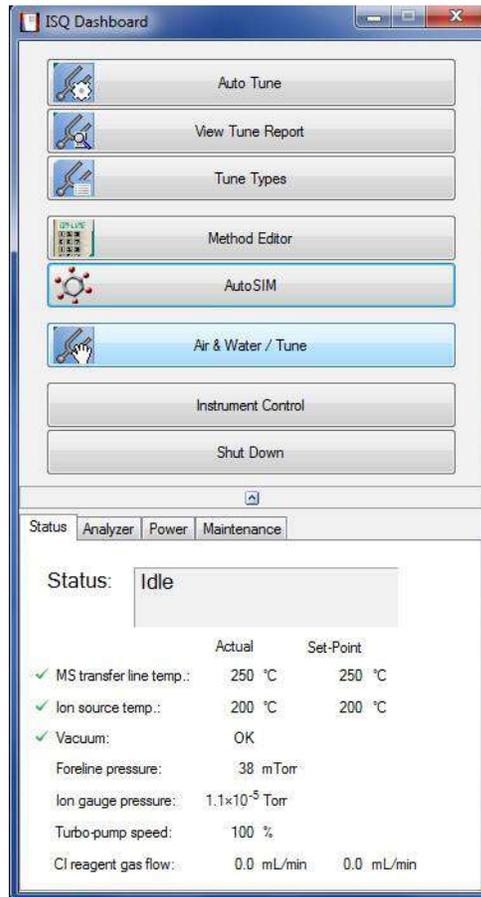
❖ Para actualizar la frecuencia de guía de iones usando la utilidad ISQ Manual Tune

1. Abra el *ISQ dashboard* y haga clic en **Air & Water/Tune**.

3 Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

Actualización de ajustes para la nueva lente RF

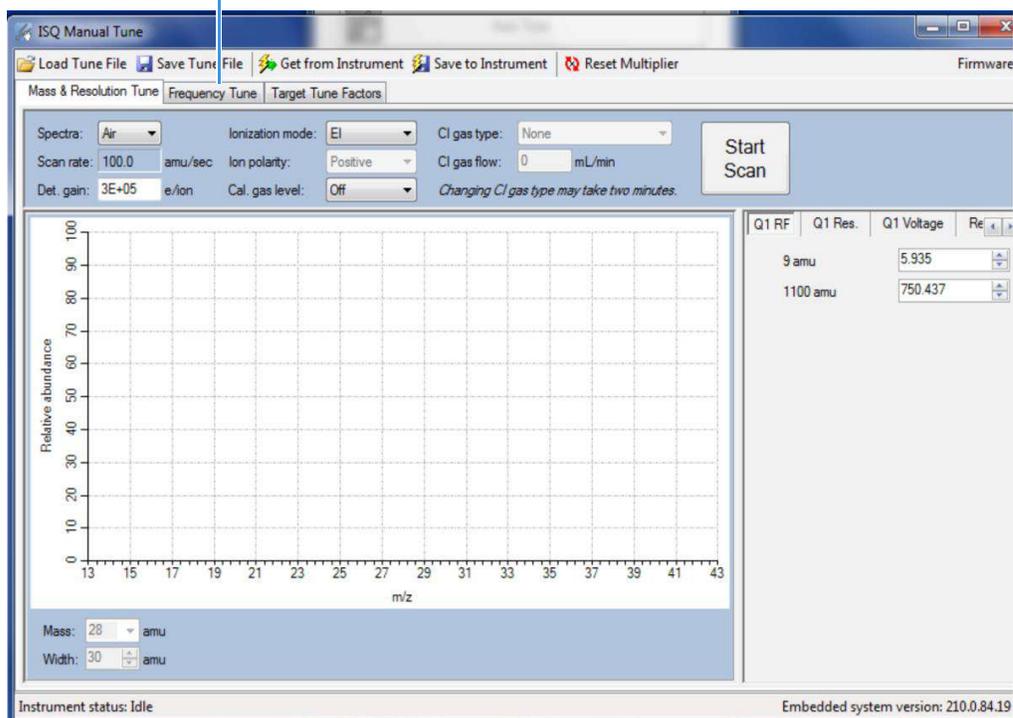
Figura 27. Acceso a la utilidad de ajuste manual ISQ desde el ISQ Dashboard



2. La ISQ Manual Tune Utility se abre. Seleccione *Frequency Tune* del menú superior. Vea la [Figura 28](#).

Figura 28. Selección de ajuste de frecuencia

Ajuste de frecuencia



3. Se abre la página *Frequency Tune*. En la parte derecha de la pantalla, bajo *Device*, seleccione **Ion Guide** y después haga clic en **Start**. Vea la [Figura 29](#).

3 Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

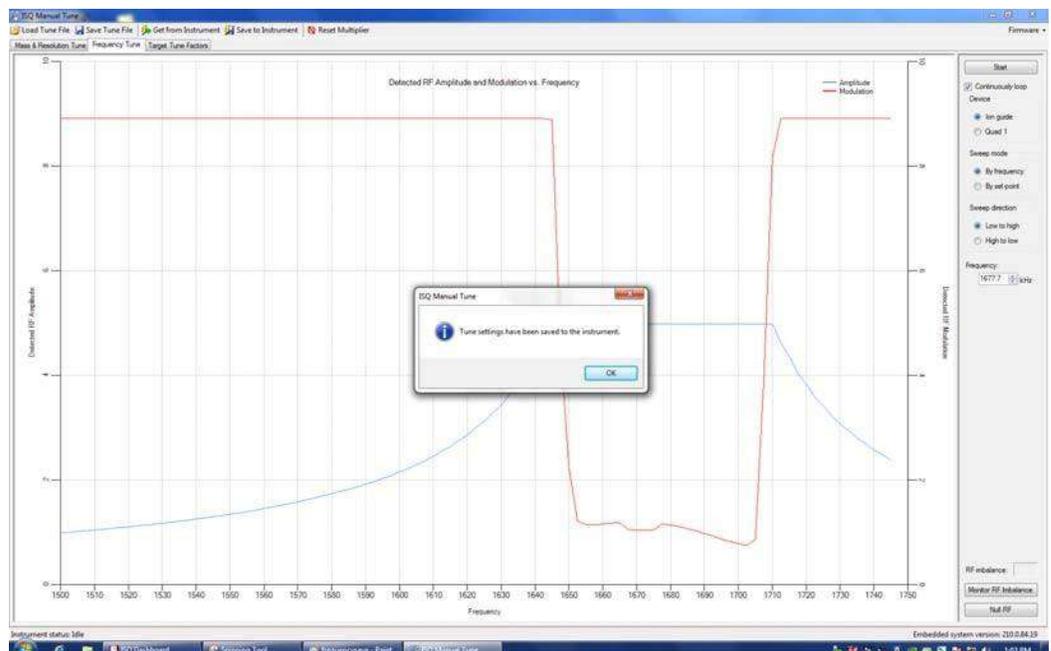
Actualización de ajustes para la nueva lente RF

Figura 29. Comienzo del ajuste “Frecuencia de guía de iones”



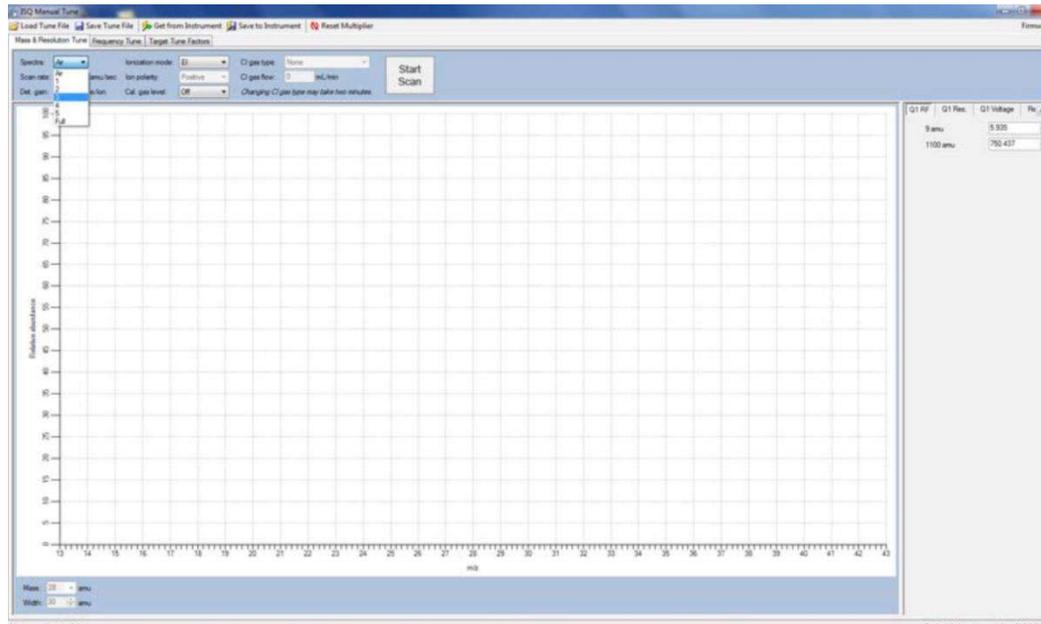
4. Cuando el instrumento ha terminado de detectar la frecuencia de guía de iones, vaya a **Save To Instrument** en el menú superior. Se abrirá un cuadro de diálogo confirmando que los detalles de los ajustes han sido guardados en el instrumento. Vea la [Figura 30](#).

Figura 30. Guardando la nueva frecuencia de guía de iones en el instrumento



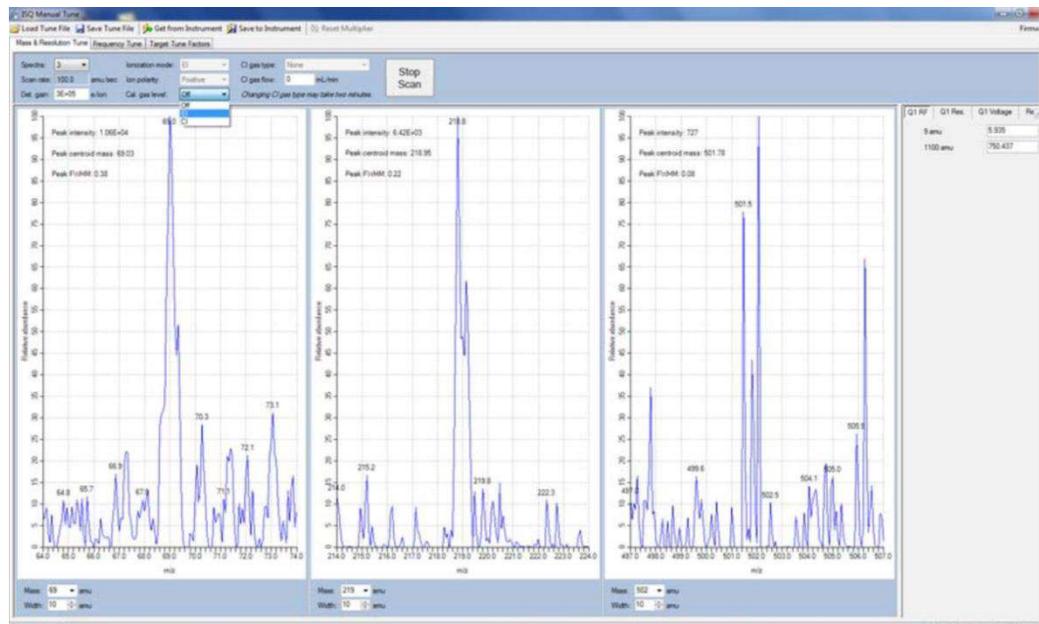
5. Para confirmar que las intensidades son suficientes para el ajuste, seleccione **Mass & Resolution Tune** en el menú superior para volver a la página de inicio *ISQ Manual Tune*.
6. Elija 3 del menú desplegable **Spectra**. Vea la [Figura 31](#).

Figura 31. Selección del número correcto de espectros a escanear



7. Seleccione EI del menú Cal. Gas Level. Vea la [Figura 32](#).

Figura 32. Ajustando el nivel de calibración de gas a EI



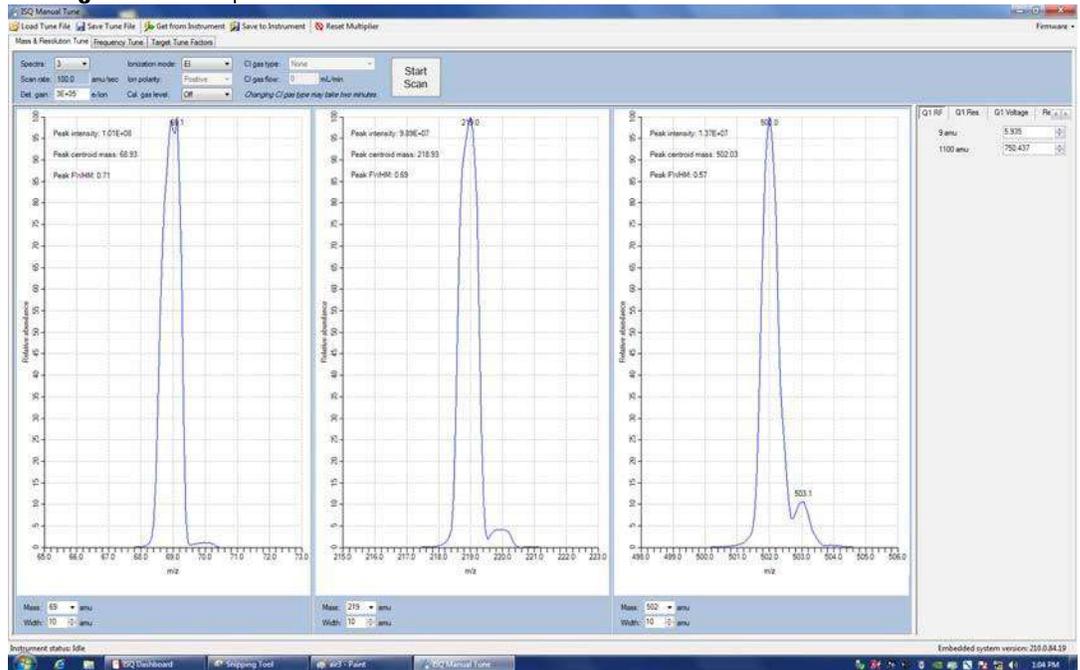
8. Haga clic en **Start Scan**.

9. Cuando el instrumento haya terminado de escanear, chequee las intensidades de las masas 69, 219, y 502. Establezca las masas usando el menú *Mass drop-down* bajo cada espectro. Vea la [Figura 33](#).

3 Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ

Actualización de ajustes para la nueva lente RF

Figura 33. Comprobación de las intensidades de masas



Nota Las intensidades pueden ser menores de lo que eran en el ajuste anterior de frecuencia para la guía de iones hasta que las lentes hayan sido ajustadas en *AutoTune*.

- Una vez que Vd. haya confirmado que las intensidades sean suficientes para el ajuste, reajuste el sistema Serie ISQ.

Creación de un método

Una vez que el espectrómetro de masas Serie ISQ ha sido ajustado, Vd. puede crear un método para cada componente de su sistema. Los métodos se usan para indicar al sistema GC/MS cómo realizar la recogida de datos.

Contenido

- [Creación de un método para el muestreador automático](#)
- [Creación de un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ](#)
- [Creación de un método para el GC](#)

❖ **Para crear un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ , GC , y muestreador automático**

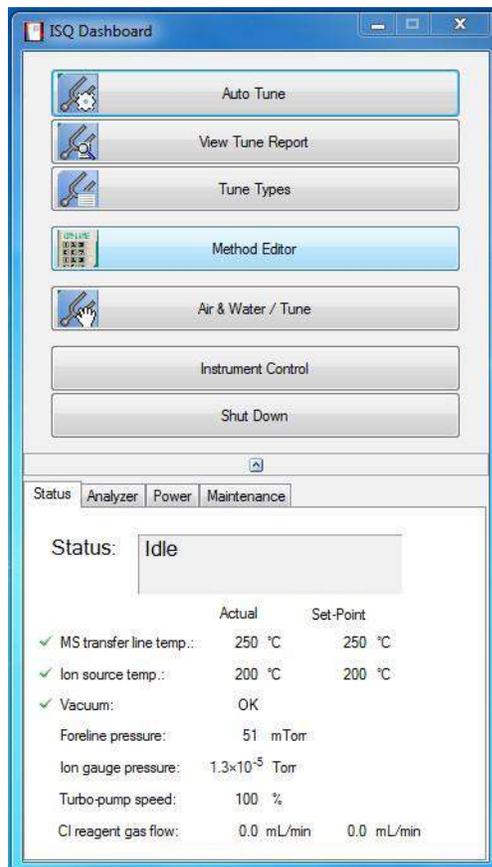
Nota Para más información sobre creación de métodos para instrumentos específicos y software, diríjase a la documentación apropiada.

1. Haga clic en **Method Editor** en el *ISQ Series Dashboard* para abrir el editor de métodos. Vea la Figura 34.

4 Creación de un método

Creación de un método para el muestreador automático

Figura 34. Acceso al Editor de métodos desde el ISQ Series Dashboard

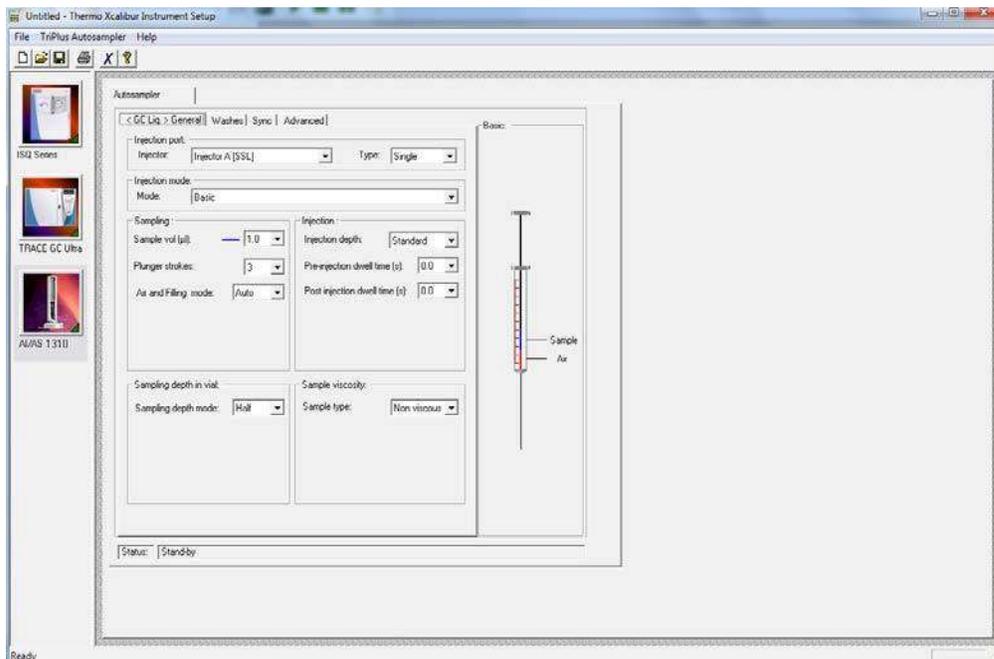


Creación de un método para el muestreador automático

1. Cree un método para el muestreador automático. A continuación se detallan instrucciones para establecer los parámetros comunes. Diríjase a la documentación de su muestreador automático para hallar directrices específicas.

Nota Todos los instrumentos configurados se muestran en el panel izquierdo de la ventana *Xcalibur Instrument Setup*. Si no se muestran los instrumentos Vd. debe configurarlos, según se detalla en [Reconfiguración de su instrumento](#).

Figura 35. Configuración del muestreador automático



a. Configure el grupo de muestreo:

- **Sample Volume** (Volumen de muestra)—Use este campo para introducir el volumen de muestra a ser inyectado en el GC. Los valores típicos están entre 0.5 y 5 μ L.
- **Plunger Strokes** (Emboladas)—Use este menú desplegable para seleccionar el número de emboladas a usar cuando se prepara la muestra. Las burbujas de aire en la jeringa cambian la cantidad de muestra inyectada, lo que puede causar una variación de la señal en diferentes ejecuciones. Para prevenirlo, incremente el número de emboladas para reducir la posibilidad de encontrar burbujas de aire en su jeringa. Los valores típicos están entre 3 y 10.
- **Viscous Sample** (Muestra viscosa) —Use este campo seleccionando *Yes* si su muestra es viscosa o *No* si su muestra es no viscosa. Con una muestra viscosa, la jeringa se llena más lentamente que si es no viscosa. Dado que la cantidad de tiempo ahorrada con este parámetro es tan pequeña puede resultar conveniente ajustar permanentemente esta opción en *Yes*.
- **Sampling Depth in Vial** (Profundidad de muestreo en el vial)—Use este menú desplegable para seleccionar la profundidad (*Center* - Centro o *Bottom* - Fondo) a la cual la punta de la aguja de la jeringa será colocada en el vial de la muestra cuando va a llenarse. *Bottom* es el ajuste por defecto, y también el más comúnmente usado.

4 Creación de un método

Creación de un método para el muestreador automático

b. Configure el grupo de lavados:

- **Pre-Injection** (pre-inyección)—Use los campos **Solvent** (disolvente) y **Cycles** (ciclos) para establecer el número de lavados de disolvente que ocurrirán antes de que el muestreador automático tome la muestra. Vd. deberá siempre ejecutar varios aclarados de la muestra, bien antes o después de la inyección, para asegurarse de que no haya restos de muestra de una inyección a la siguiente. Vd. puede configurar los ajustes de modo que la jeringa sea lavada con el mismo disolvente que fue usado en los lugares A, B, C o D o con los disolventes A y B o C y D. Típicamente, hay 0 o 1 ciclos de lavado pre-inyección.
- **Sample** (muestra)—Use el menú desplegable **Rinses** (aclarados) para seleccionar el número de veces que la jeringa es aclarada con su muestra antes de cada inyección. Los aclarados ayudan a asegurar que la muestra a inyectar no está diluida por los disolventes residuales del aclarado. Al lavar la jeringa con su muestra antes de la inyección, la dilución es mínima. El ajuste estándar está entre 1 y 3 aclarados. Si Vd. tiene una cantidad muy limitada de muestra, sin embargo, Vd. preferirá ajustar este campo a 0 para conservar la cantidad la muestra.
- **Post-Injection** (post-inyección)— Use los campos **Solvent** (disolvente) y **Cycles** (ciclos) para establecer el número de lavados de disolvente que ocurrirán después de que el muestreador automático haya inyectado muestra. Vd. deberá siempre ejecutar varios aclarados de muestra, bien antes o después de la inyección, para asegurarse de que no haya restos de muestra de una inyección a la siguiente. Vd. puede configurar los ajustes de modo que la jeringa sea lavada con el mismo disolvente que fue usado en los lugares A, B, C o D o con los disolventes A y B o C y D. Típicamente, hay de 1 a 5 ciclos de lavado post-inyección.

c. Configure el grupo *Injection*:

- **Injection Depth** (profundidad de inyección)—Use el menú desplegable para seleccionar *Standard* o *Minimum* para indicar de qué modo será introducida la muestra en el GC. Si Vd. selecciona *Standard*, el muestreador automático insertará la aguja entera en el puerto de inyección. Si Vd. selecciona *Minimum*, el muestreador automático apenas entrará en el puerto de inyección.
- **Pre-inj Dwell Time(s)** —Use este campo para definir el tiempo en segundos que la aguja estará en el puerto de inyección antes de que el émbolo inyecte la muestra.
- **Post-inj Dwell Time (s)**— Use este campo para definir el tiempo en segundos que la aguja estará en el puerto de inyección después de que el émbolo inyecte la muestra.

Las dos formas principales de inyección son las técnicas de la aguja caliente y la de la aguja fría.

En una inyección de aguja caliente, la aguja es precalentada antes de introducir la muestra, lo que hace que la muestra se vaporice antes de abandonar la aguja. El vapor se mezcla entonces con gas portador y es arrastrado a la columna. En una inyección de aguja fría, la aguja se mantiene lo más fría posible, de modo que la muestra es introducida como líquido, para ser vaporizada en el inyector. El vapor de la muestra es producido más cerca de la entrada de la columna, lo que puede acarrear una mejor sensibilidad, pero una peor reproducibilidad de una ejecución a otra.

Para usar la técnica de la aguja caliente, seleccione profundidad de inyección estándar y use un *pre-injection dwell time* de al menos 2 segundos. Para usar la técnica de la aguja fría, seleccione profundidad de inyección mínima y no use *pre-injection dwell time*. El *post injection dwell time* puede ser usado para limpiar la aguja y asegurarse de que todos los componentes semi-volátiles son evacuados del sistema antes de que se realice la siguiente inyección.

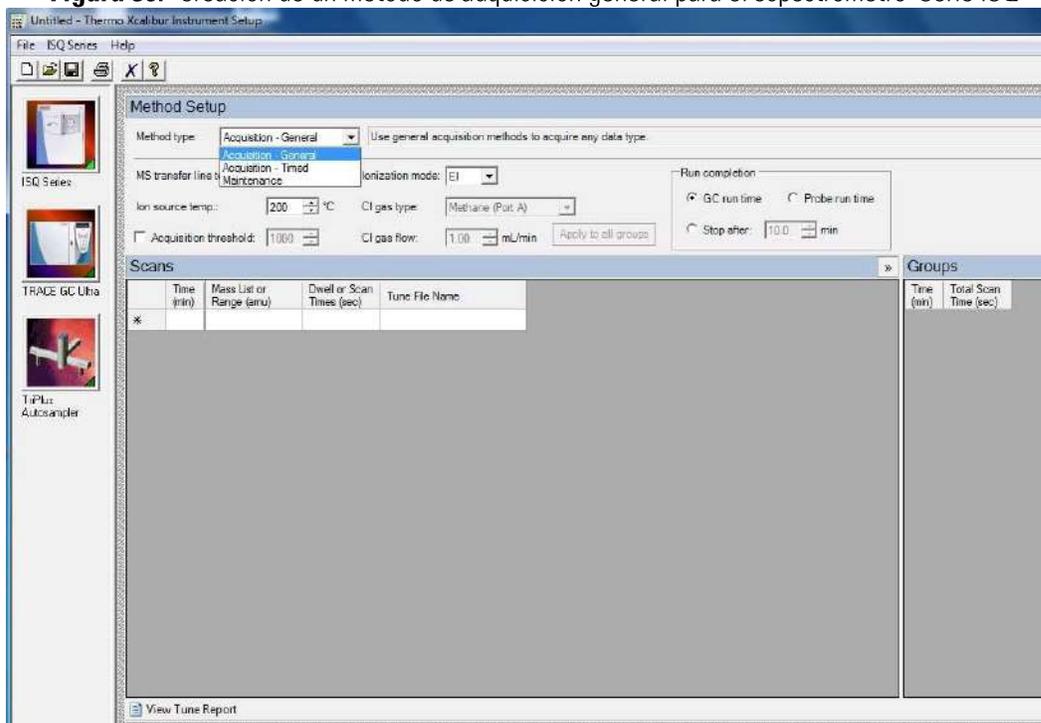
Creación de un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ

Haga clic en icono *ISQ Series* en el panel izquierdo para crear un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ.

1. Para crear un método de adquisición, en el menú desplegable *Method Type* seleccione **Acquisition-General**. Un método de adquisición se usa para recopilar datos.

Nota El método *maintenance* (mantenimiento) se usa para calentar o enfriar el instrumento serie ISQ durante una secuencia. Esto puede ser de utilidad si quiere llevar a cabo estas tareas de manera automatizada como parte de su adquisición de datos.

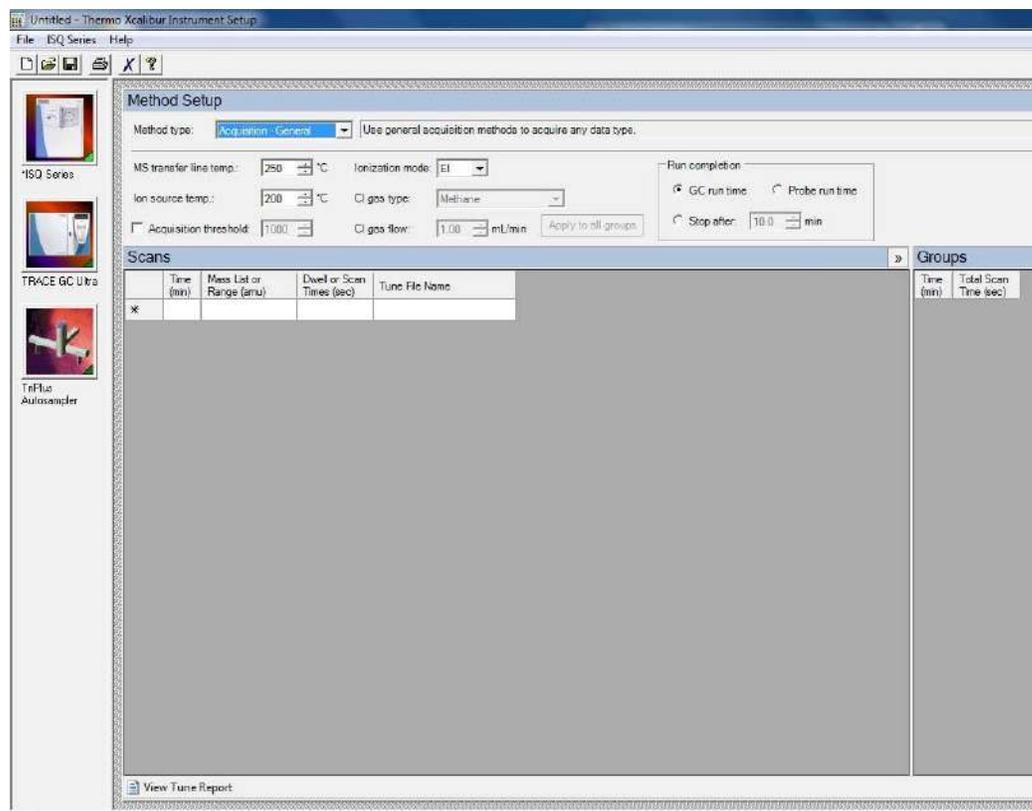
Figura 36. Creación de un método de adquisición general para el espectrómetro Serie ISQ



2. Ajuste **MS Transfer Line Temperature** (temperatura de la línea de transferencia del MS)
Este campo representa la temperatura de la línea de transferencia, que es el tubo que contiene la columna según deja el horno GC y entra al espectrómetro de masas Serie ISQ. La temperatura máxima permitida es de 400 °C. Sin embargo, Vd. dañará la columna y contaminará el instrumento serie ISQ si Vd. ajusta la temperatura de la línea de transferencia por encima de la temperatura máxima permitida para la columna.

4 Creación de un método

Creación de un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ



3. Ajuste **Ion Source Temperature** (temperatura de la fuente de iones). Introduzca un valor entre 0 y 350 °C. La temperatura óptima depende del analito. Mayores temperaturas mantendrán más limpia la fuente de iones, pero conllevará una mayor fragmentación, lo que puede reducir la sensibilidad. Para la mayoría de compuestos, una temperatura de fuente de 275 °C (por defecto) es adecuada.

Nota Para un mejor resultado, ajuste el instrumento a la misma temperatura que ejecutará los análisis en su método.

4. Seleccione la casilla **Acquisition Threshold** (Umbral de adquisición) e introduzca la altura mínima de pico para el archivo de datos, si fuera necesario. Si su pico tiene una intensidad inferior a este umbral, no será guardado. Este ajuste puede ayudar a reducir ruidos, pero también puede alterar las proporciones de isótopos mostradas, ya que las señales de isótopos más pequeños serán reducidas en mayor medida.
5. Seleccione **EI** del menú desplegable **Ionization Mode** (modo de ionización).

Nota Solo use CI si ha instalado un volumen de ion CI en el instrumento y ha conectado gas reactivo CI a su sistema. Si Vd. tiene CI, seleccione un tipo de gas CI del menú desplegable y ajuste *CI Gas Flow* (flujo de gas CI). (Habrá una pausa de dos minutos cuando cambie puertos para el tipo de gas CI). Los valores típicos para Metano CI para NCI son 1.0–1.5 mL/min. Para Metano CI para PCI, los flujos de gas típicos son 1.5–2.0 mL/min.

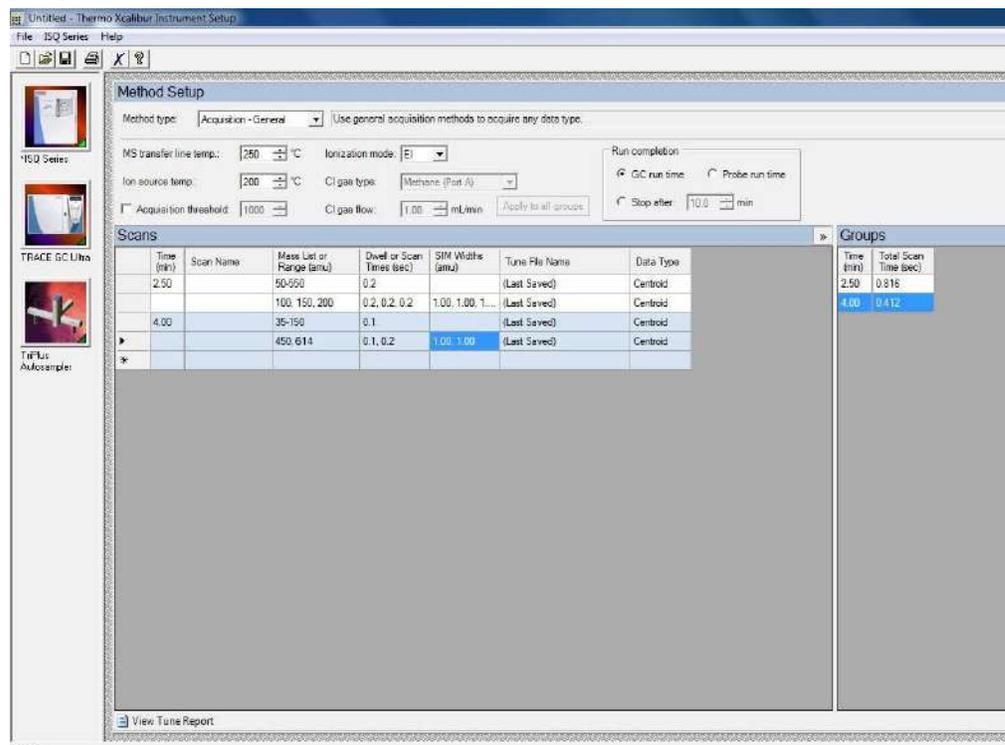
6. En el grupo **Run Completion** (final de una ejecución), seleccione la acción que quiere que ocurra al final de una ejecución:

- GC Run Time**—Seleccione esta opción si Vd. quiere que el sistema Serie ISQ finalice la ejecución cuando el proceso de GC se complete. Este es el ajuste más común.
- Probe Run Time**—Seleccione esta opción si Vd. tiene instalado un controlador de sonda y Vd. quiere que el sistema ISQ finalice la ejecución cuando el proceso de la sonda se complete.
- Select Stop After**—Seleccione esta opción para ajustar el número de minutos que Vd. quiere que funcione el sistema ISQ. El final de la ejecución puede estar entre 0 y 1.000 minutos. Esta opción le permite a Vd. parar la adquisición cuando todos los compuestos de interés han eluido pero el GC está aún a elevada temperatura, para mantener limpia la columna. Recomendamos que Vd. seleccione esta opción porque ahorra tiempo de quemado en el filamento.

Nota En modo *Timed Acquisition*, la ejecución termina cuando el sistema ISQ ha completado la adquisición del último compuesto en su método. Estos ajustes no se aplican.

- En el panel Scans, haga clic en una fila para introducir información de escaneo.

Figura 37. Introducción de información de escaneo



Nota Si alguna de las columnas nombradas a continuación no se muestra en el panel Scans, Vd. podrá hacer clic derecho en un encabezamiento y mostrarlas. También puede reorganizar las columnas haciendo clic en el encabezamiento de una columna y arrastrándola a derecha o izquierda.

- La columna **Time (min)** se usa para establecer el tiempo en que el sistema Serie ISQ comienza a adquirir datos tras el inicio del GC. Lo habitual es dejar un lapso que permita al disolvente pasar a través de la columna antes de comenzar una adquisición.

4 Creación de un método

Creación de un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ

Por ejemplo, en este método, el rango de masas de 50-550 amu será escaneado en 0.2 segundos. Comenzando en el mismo tiempo de inicio, serán observadas tres diferentes masas SIM a 100, 150, y 200 durante 0.2 segundos cada una. Estos escaneos simultáneos, barrido completo y SIM comenzarán a los 2.5 minutos de la ejecución del GC. Vd. obtendrá un *set* completo de escaneos cada 0.816 segundos.

A los 4 minutos en la ejecución del GC, el escaneo ha cambiado completamente. Ahora, el rango de barrido completo es de 35-150 amu, y es escaneado cada 0.1 segundos, y las dos masas SIM son de 450 y 614 amu, que son escaneadas durante 0.1 y 0.2 segundos respectivamente. Todos estos escaneos se repetirán cada 0.412 segundos hasta que termine la ejecución GC.

Todos estos escaneos usan el ultimo archivo de ajustes (*tune file*) guardado en el instrumento.

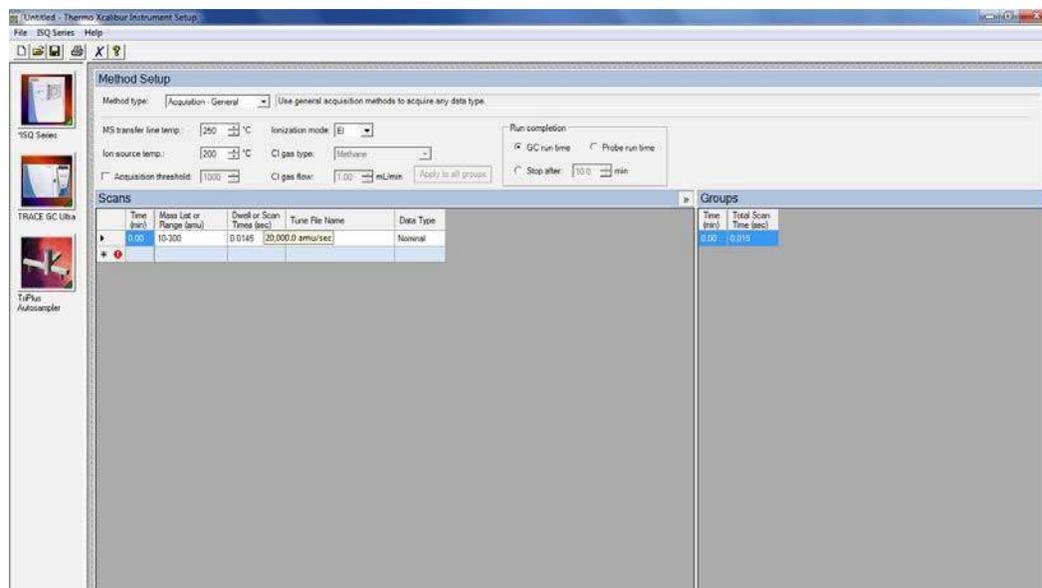
- b. La columna **Mass List or Range** dice al sistema Serie ISQ qué masas ha de escanear. En modo barrido completo, introduzca las masas inicial y final separadas por un guion. En modo SIM introduzca en este campo las masas individuales o valores múltiples (siempre que estén separados por una coma). Cada rango de barrido completo debe situarse en una línea separada.

Nota Cada línea en un escaneo debe solo contener un rango de barrido completo o masas individuales SIM. No pueden ser mezclados en la misma línea.

- c. En modo SIM, la columna **Dwell or Scan Times** define la cantidad de tiempo (en segundos) que el instrumento serie ISQ observará su masa de ion SIM. Si Vd. está en modo barrido completo, la columna **Dwell or Scan Times** determina la cantidad de tiempo para cada barrido individual. Vd. debe ajustar este valor para comprender 5-20 escaneos a lo largo de su pico GC. Si Vd. hace escaneos de menos, el área del pico GC pico es demasiado imprecisa. Si son demasiados, la señal del instrumento Serie ISQ resulta menos precisa. El valor por defecto es de 0.2 s.
- d. La columna **Tune File Name** selecciona un archivo de ajustes para ser usado en este escaneo. Debe ser el archivo de ajuste automático que Vd. creó en [Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ](#). También puede ser usado un archivo de ajustes específico para cada escaneo.
- e. La columna **Scan Name** contiene una descripción del escaneo. El nombre puede ser usado como etiqueta para indicar el compuesto usado en el escaneo.
- f. La columna **SIM Widths** ajusta el rango de amplitud de la ventana SIM. El rango de valores puede estar entre 0.01 y 10. El valor por defecto es 1 amu, que significa que el instrumento tomará todos los iones desde su masa SIM +/- 0.5 amu. Amplitudes SIM más estrechas acarrearán una mayor especificidad.
- g. La columna **Ion Polarity** solo se usa en modo CI, que es el único modo de generar iones positivos y negativos. En modo EI, esta columna debe siempre mostrar **Positive**.
- h. La columna **Data Type** determina si Vd. quiere adquirir espectros de masa de tipos **Profile**, **Centroided**, o **Nominal**. El tipo *centroided* es el más común, ya que es usado por la mayoría de librerías y produce archivos de datos más pequeños. El tipo de espectros de masa *profiled* proporciona picos espectrales de masa detallados, lo que conlleva grandes archivos de datos con detalles que el tipo de espectro *centroided* no contiene. Cuando Vd. quiera realizar escaneos

rápidos (de hasta 20,000 amu/s), seleccione **Nominal** de la lista desplegable bajo **Data Type**.

Figura 38. Selección de espectros de masa nominal

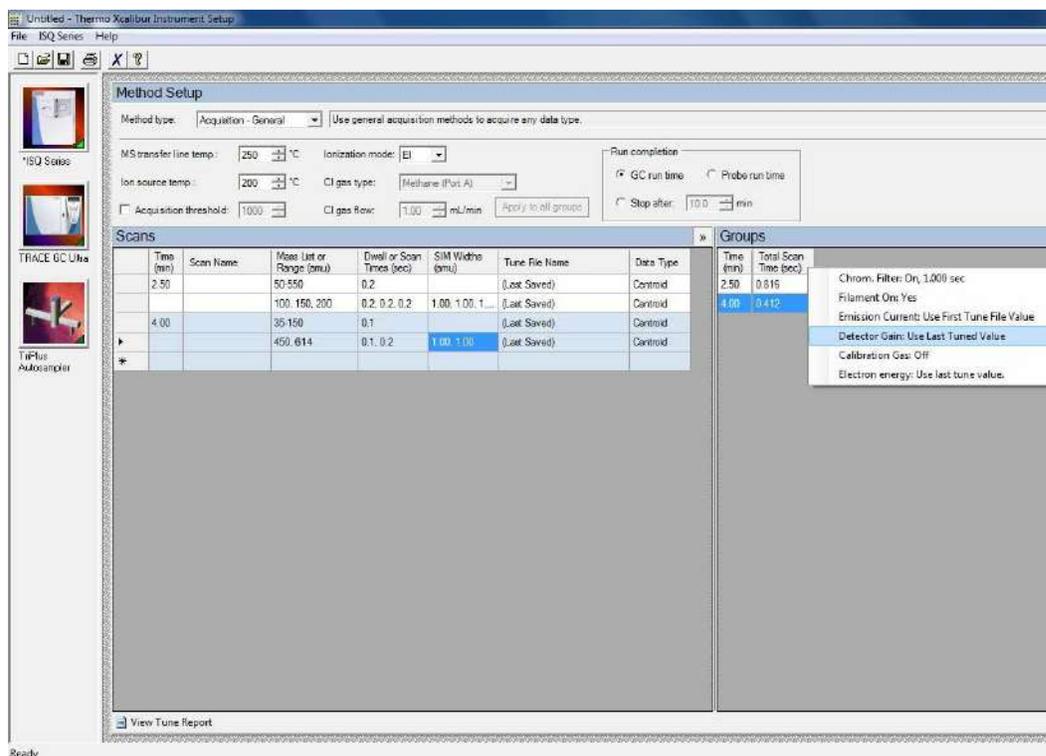


8. En el panel **Groups**, revise la información en cada fila. Según Vd. va creando escaneos en el panel **Scans**, se va mostrando automáticamente información en el panel *groups*.

Nota Si alguna de las columnas nombradas a continuación no se muestra en el panel **Groups**, podrá hacer clic derecho en un encabezamiento y mostrarlas. También puede reorganizar las columnas haciendo clic en el encabezamiento de una columna y arrastrándola a derecha o izquierda.

4 Creación de un método

Creación de un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ



- La columna **Time** muestra el tiempo tras el inicio del GC en el que el espectrómetro de masas Serie ISQ comienza a adquirir este grupo de escaneos en particular.
- La columna **Total Scan Time** indica la suma de los tiempos de los escaneos en todos los segmentos. Incluye el tiempo de estabilización que hay entre cada escaneo. En este método, que comienza a los 2.5 minutos del inicio de GC, Vd. obtendrá un set completo de escaneos cada 0.816 segundos. A los 4 minutos en la ejecución del GC, el escaneo ha cambiado completamente. Ahora, los escaneos se repetirán cada 0.412 segundos hasta que termine la ejecución GC.
- La columna **Chrom Filter On** activa el filtro cromatográfico. Este filtro suaviza los datos espectrales según se van adquiriendo, lo que puede incrementar la relación señal-ruido en un factor de 2 o más. El filtro cromatográfico es útil sobre todo cuando se adquieren al menos cuatro escaneos completos para un pico GC. Este ajuste se mantiene típicamente activado.
- Use la columna **Chrom Filter Peak Width** para ajustar la anchura del pico a la del pico GC (en segundos). Si la anchura del pico fuera demasiado grande, la intensidad de la señal se vería reducida. El valor por defecto es 1 s.
- La columna **Filament On** enciende y apaga el filamento en el segmento seleccionado. El apagado del filamento prolonga su vida útil y mantiene la fuente de iones limpia por más tiempo. Sin embargo, no se obtienen datos. Use esta columna si Vd. tiene analitos eluyendo antes del pico del disolvente. Vd. puede crear un segmento para apagar el filamento durante el pico del disolvente para preservar el filamento.

- f. Use columna **Corriente de emisión** para establecer la corriente de emisión usada durante la adquisición. Para un rendimiento analítico y estabilidad óptimos, use la corriente de emisión a la que fue ajustado el sistema. Sin embargo, si Vd. quiere usar una corriente de emisión diferente, deseleccione la casilla **Use Tune File Corriente de emisión** e introduzca un valor en la columna **Corriente de emisión (µA)**. Una corriente de emisión alta llevará a una producción de más iones, pero la interacción de demasiados iones en la fuente puede causar degradación en la resolución y en la señal.
- g. La columna **Use Last Tuned Detector Gain** indica que Vd. quiere usar la ganancia del detector establecida en el autoajuste Serie ISQ o una ajustada y escaneada manualmente. Si Vd. no necesita usar la ganancia del detector establecida en el autoajuste Serie ISQ, puede ajustarla manualmente. Ganancias más altas darán señales mayores, pero acortarán la vida útil del detector cuando sean detectadas muestras concentradas.
- h. Use la columna **CI Gas Flow** para establecer el flujo de su gas reactivo. Recuerde establecer *CI gas flow* tanto en la columna *Groups* como en la parte de alta del editor de métodos. Solo el valor en lo alto del método es enviado cuando se inicia el MS con el método.
- i. Use la columna **CI Gas Type** para establecer el tipo de gas conectado a uno o ambos puertos de gas CI (A o B). Asegúrese de que el gas que Vd. ha asignado a un puerto esté de hecho conectado a ese puerto, ya que cada gas CI tiene una calibración específica de flujo frente a viscosidad.
- j. La columna **Cal Gas** conecta el gas de calibración durante una ejecución. Este ajuste puede ser útil para confirmar que el sistema esté generando iones y almacenando los datos a disco correctamente. Normalmente, el ajuste está en “*off*”, pero Vd. puede dejar pasar un pequeño nivel de gas de calibración a la fuente si selecciona EI. Si Vd. tiene un módulo de flujo dual de gas de calibración, Vd. puede seleccionar CI para un nivel alto de gas.
9. (Solo para métodos **Acquisition-Timed (adquisición programada)**) En el panel **Scans**, haga lo siguiente:

Figura 39. Ajustes de escaneo con adquisición programada



4 Creación de un método

Creación de un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ

- a. Use **Tune File** para seleccionar un archivo o archivos de ajuste para ser usados en este escaneo. Si Vd. está usando EI, solo está disponible el menú desplegable **Tune File(+)**. Si Vd. está usando CI negativo, seleccione un archivo de ajuste del menú desplegable **Tune File(-)**. Elija **AutoTune_NCI** para usar el archivo de ajuste automático CI negativo más reciente que Vd. creó en [Capítulo 3, “Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ”](#) Si Vd. está usando CI positivo, seleccione un archivo de ajuste del menú desplegable **Tune File(+)**. Elija **AutoTune_PCI** para usar el archivo de ajuste automático CI positivo más reciente que Vd. creó en [Capítulo 3, “Ajuste del espectrómetro de masas Serie ISQ”](#). El software muestra por defecto el último archivo de ajuste **AutoTune_NCI** o **AutoTune_PCI** que Vd. ha creado.
- b. En el área **Detector Gain** ajuste la ganancia del detector. Seleccione la opción **Use Last Tuned Detector Gain** para indicar que Vd. quiere usar la ganancia del detector establecida en Autoajuste Serie ISQ. Si Vd. no necesita usar la ganancia del detector establecida en Autoajuste Serie ISQ, puede introducirla manualmente. Ganancias más altas producen señales más altas, pero pueden acortar la vida útil del detector o saturar el electrómetro con demasiada señal cuando se detectan muestras muy concentradas. Para establecer manualmente la ganancia del detector, seleccione el botón **Use Specified Detector Gain** e introduzca el valor deseado en la casilla *Detector Gain*.
- c. Use la casilla **Corriente de emisión** para establecer la corriente de emisión usada durante la adquisición. Para un rendimiento analítico y estabilidad óptimos, use la corriente de emisión a la que fue ajustado el sistema. Sin embargo, si Vd. quiere usar una corriente de emisión diferente, seleccione el botón **Use Specified Corriente de emisión** e introduzca un valor en la casilla **Corriente de emisión (µA)**. Una corriente de emisión alta llevará a una producción de más iones, pero la interacción de demasiados iones en la fuente puede causar degradación en la resolución y en la señal. El margen de error es de $\pm 0.5 \mu\text{A}$.
- d. Según proceda, use las opciones en el área **Scan Settings** para ajustar aún más su método.
 - i. Bajo **Peak Width**, Vd. puede cambiar la anchura mínima de pico en la línea base y los escaneos deseados por pico. Estos valores se usan para calcular el tiempo total de escaneo, que incluye el tiempo SIM y el tiempo de barrido completo. La anchura mínima de pico en la línea base debe ser establecida en relación aproximada al pico cromatográfico más estrecho en su análisis.
 - ii. Bajo **Full Scan**, Vd. indica si se ejecutará un barrido completo junto con SIM. El *Mass Range*, *Scan Time*, *Start* y *End Time* pueden ser establecidos después de haber seleccionado el botón *Use Full Scan*. El tiempo *Full Scan* reducirá el tiempo SIM sin aumentar el tiempo total de escaneo. Si Vd. solamente quiere usar barrido completo en una parte de su método, Vd. puede introducir los tiempos *full-scan start* y *end*.
 - iii. El campo **Minimum Dwell Time** indica el nivel de congestión en su método. Una vez que *minimum dwell time* alcanza 0.001 ms, el método está demasiado congestionado para funcionar apropiadamente, y Vd. debe ajustar las ventanas de adquisición de los compuestos para reducir el número de iones adquiridos de manera simultánea. Este campo es de solo lectura y no es editable.
 - iv. Seleccione la casilla **Allow for Asymmetric Acquisitions** para añadir tiempo extra al comienzo o final de una ventana de adquisición sin afectar a otros tiempos en su escaneo. Cuando Vd. elige esta opción, las columnas **Pre-width and Post-width**

4 Creación de un método

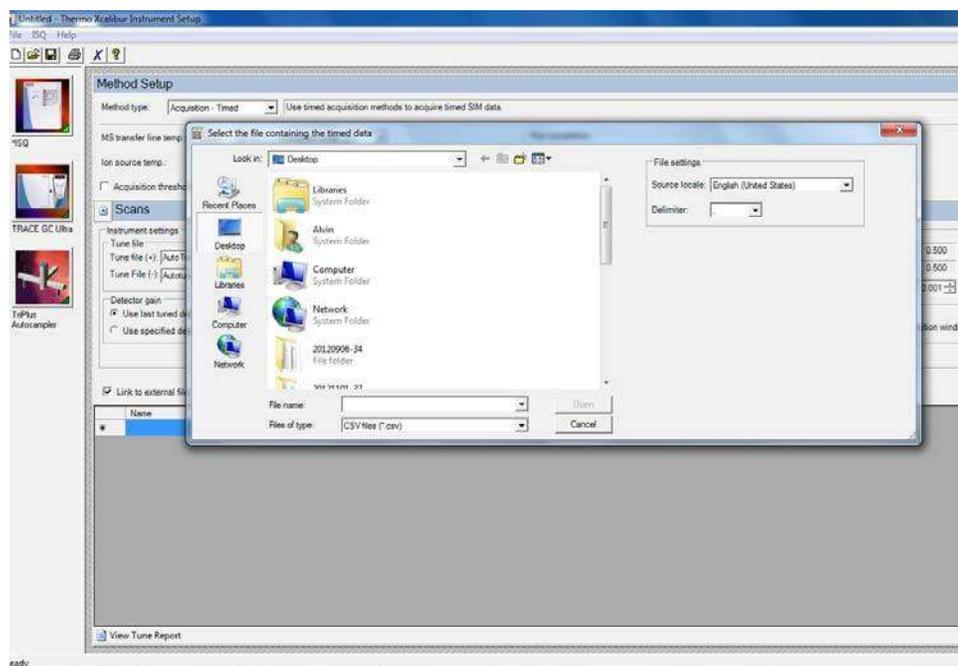
Creación de un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ

son añadidas a su método. Introduzca los tiempos extra en estas columnas.

- e. Si Vd. quiere vincular con un método externo, seleccione la casilla **Link to External File**. Vd. puede vincular a un archivo de método .csv or .xml.

Nota Para editar los escaneos dentro del editor de métodos Serie ISQ, deshabilite la casilla **Link to External File**.

Figura 40. Vincular a archivos de método externos



- f. Introduzca el nombre del analito en la columna **Name** (refiriéndose al nombre del analito) o, en su archivo externo, introduzca el nombre del analito en la primera columna. También puede hacer clic-derecho en esta ventana para buscar un analito en su método. Esta función es útil si Vd. debe editar un analito en un método complejo.
- g. En la columna **RT**, introduzca los tiempos de retención para métodos SIM. El tiempo de retención es el tiempo que lleva a un analito para pasar de la entrada de la columna al detector.
- h. En la columna **Window (min)**, introduzca los tiempos de adquisición. Ventanas más pequeñas de adquisición incrementan la sensibilidad, pero pueden causar que pierda su pico si el ajuste es demasiado pequeño. Cambiar el tamaño de la ventana solamente afecta a la sensibilidad si reduce el número de compuestos analizados en un segmento. Si las ventanas no se solapan, Vd. no notará una mejora reduciendo la ventana de adquisición.
- i. En la columna **Mass**, introduzca la masa del ion que Vd. desea monitorizar.
- j. Use la columna **Ion Polarity** si Vd. está usando modo CI para pedir al instrumento generar iones positivos o negativos. Solamente use esta columna si Vd. está usando modo CI. En modo EI, esta columna debe siempre mostrar **Positive**.

4 Creación de un método

Creación de un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ

- k. Vd. puede establecer el número de analitos adyacentes a mostrar en su método usando la casilla de selección **Number of Adjacent Analytes to Show** que se encuentra en el cuadro de diálogo **Options**, al que se accede desde el menú principal **Serie ISQ**. Vea la [Figura 41](#). Vea el número de analitos que ajusta en la vista **Show Analysis**.

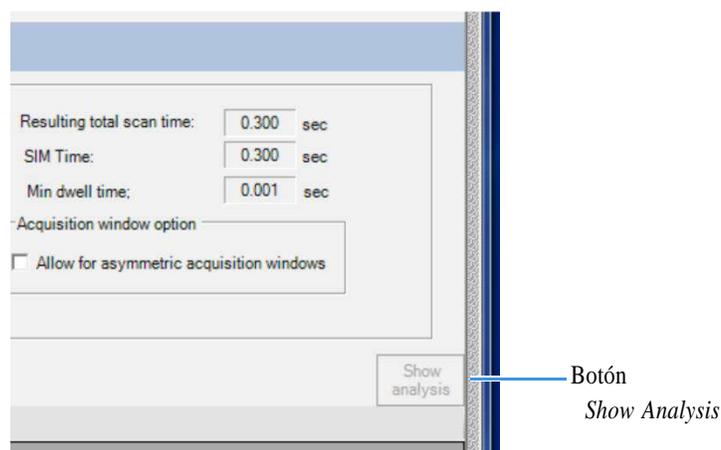
Los ajustes en esta columna son únicamente para uso informativo, y no afectarán su adquisición.

Figura 41. Cuadro de diálogo *Options*



- l. Haga clic en **Show Analysis** (vea [Figura 42](#)) para validar su método. Aparecerá una lista con todos sus analitos por su nombre y ordenados por sus tiempos de inicio.

Figura 42. Acceso a la función *Show Analysis*

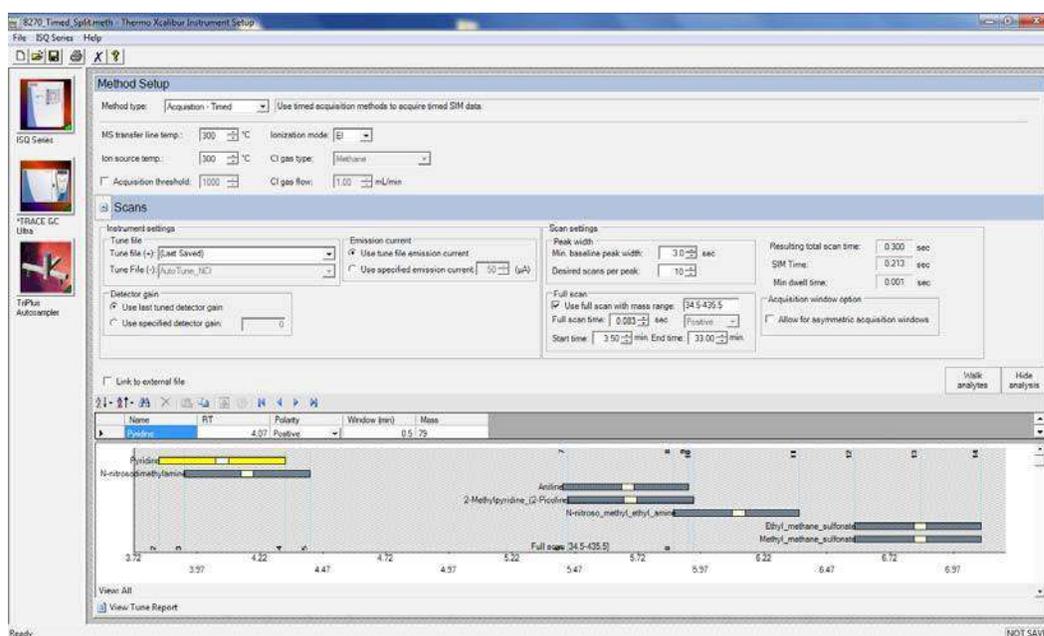


- m. Use la barra de desplazamiento en la derecha para ver todos sus analitos. Vd. puede también hacer clic en **Walk Analytes** para que el software automáticamente vaya a través de su lista de analitos. Cuando un analito está en amarillo, es el analito activo. Las barras azules verticales indican dónde empiezan y terminan los segmentos de escaneo. Mientras esté activo el proceso, el botón **Walk Analytes** leerá **Stop Walking**.

Haga clic en cualquier momento en *Stop Walking* para detener el proceso.

Consejo Si sus ventanas SIM están demasiado congestionadas para lograr el tiempo total de escaneo en el tiempo mínimo de permanencia (*minimum dwell time*), los segmentos se resaltan en rojo. Esta advertencia muestra que no hay tiempo suficiente en el segmento para escanear todos los eventos. En este caso, el método no puede ser validado o guardado y aparece un icono de precaución cerca del título. Para corregirlo, reduzca el número de compuestos solapados o cambie los tiempos de las ventanas. Cuando las barras de pico están resaltadas en naranja, se advierte de que habrá menos escaneos en el pico que los deseados. Además, si su lista contiene compuestos duplicados, el centro de una de las barras de pico duplicadas mostrará un patrón cruzado en naranja, en lugar del blanco habitual. Elimine uno de los compuestos duplicados para evitar problemas con el análisis de datos.

Figura 43. *Walking Analytes*



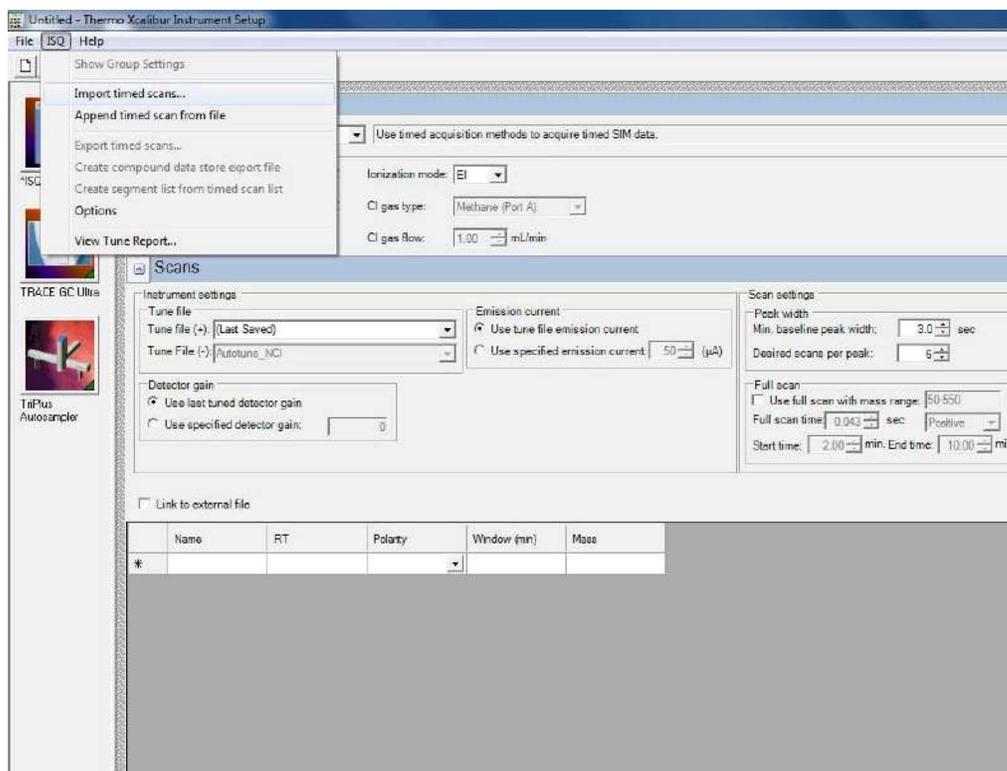
10. Para importar un método MS Serie TSQ 8000™ o TSQ Quantum™, elija ISQ Series | Import MS Method. Vea Figura 44.

Nota Esto solamente importará la parte MS del método. Vd. debe ajustar los parámetros de GC y del muestreador automático.

4 Creación de un método

Creación de un método para el espectrómetro de masas Serie ISQ

Figura 44. Importación de métodos



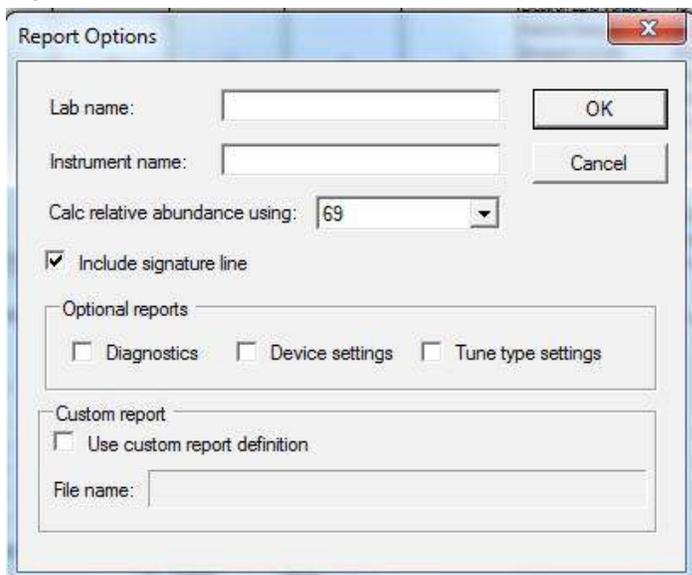
11. Elija **ISQ Series | Import Timed Scans** para importar archivos .csv o .xml de métodos anteriores. El software solamente cargará archivos en formatos válidos. Si su archivo no es válido, Vd. recibirá un mensaje de error y no podrá importar el archivo al editor de métodos.

Consejo Exporte una lista de escaneos programados para ver un ejemplo de formato válido.

12. Elija **ISQ Series | Append Timed Scan from File** para añadir escaneos de anteriores métodos al final de su lista de escaneos abierta. Como antes, Vd. puede importar archivos .csv o .xml. El software solamente cargará archivos en formatos válidos. Si su archivo no es válido, Vd. recibirá un mensaje de error y no podrá importar el archivo al editor de métodos.
13. Elija **ISQ Series | Export Timed Scans** para exportar su método como archivo .csv. Si Vd. prefiere editar sus métodos en aplicaciones de hojas de cálculo, Vd. querrá usar esta opción.
14. Elija **ISQ Series | Create Compound Data Store Export File** para preparar su archivo para la base de datos de compuestos en la aplicación *TraceFinder*.
 - a. Haga doble clic en un ion de cada analito para establecerlo como ion de cuantificación.
 - b. Haga clic en **Create Export File** para guardar su archivo en la base de datos de compuestos de *TraceFinder*. Vea la documentación de *TraceFinder* para más información.
15. Elija **ISQ Series | Create Segment List From Timed Scan List** para importar un método general de adquisición.

16. Elija **ISQ Series | View Tune Report** para ver el último informe de ajuste que usará el método. Elija **Report Options** para abrir el cuadro de diálogo *Report Options* (vea la [Figura 45](#)) y añada información de identificación al informe de ajuste.

Figure 45. Configuración de las opciones del informe de ajuste



Creación de un método para el GC

Haga clic en el icono GC en el panel izquierdo para crear un método GC.

Creación de un método para el TRACE 1300 o el TRACE 1310 GC

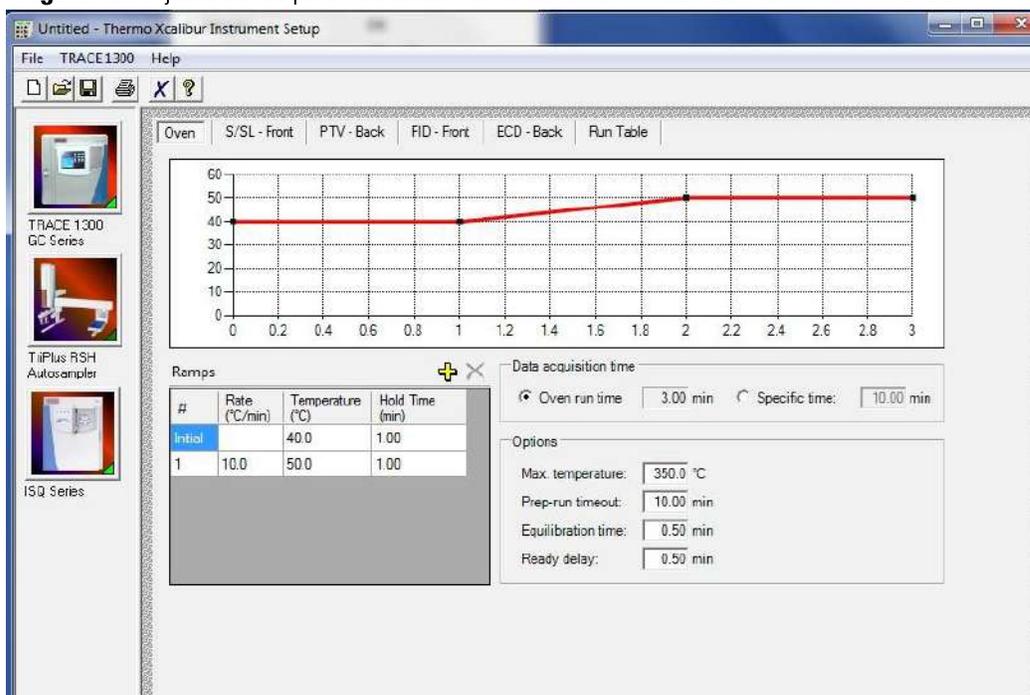
❖ Para crear un método para el TRACE 1300 o el TRACE 1310 GC

1. Haga clic en la pestaña **Oven** para ajustar las temperaturas del horno. Siempre hay, al menos, una temperatura y tiempo en cualquier programa de temperatura GC. En la fila *Initial*, introduzca la temperatura inicial, que debe estar 4 °C por encima de la temperatura ambiente, y ser menor que la temperatura de operación máxima de su columna GC. Si Vd. establece la temperatura inicial en un valor por debajo de este límite, el GC no alcanzará la temperatura inicial. Si Vd. establece la temperatura por encima del límite, la columna GC se dañará. Vd. puede establecer el tiempo inicial de espera en un valor entre 0 y 999.99 minutos. La temperatura inicial típica es de al menos 10 °C por encima del punto de ebullición del disolvente de su muestra y el tiempo inicial es por regla general lo suficientemente largo para que el disolvente se desplace a través de la columna.

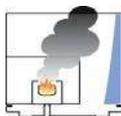
4 Creación de un método

Creación de un método para el GC

Figura 46. Ajuste de los parámetros del horno GC en el TRACE 1300 o TRACE 1310 GC



- Vd. puede seleccionar un máximo de 32 rampas de temperatura, cada una con su propia velocidad de incremento de temperatura, temperaturas finales y tiempos de espera. Un programa típico tendrá una o dos rampas. El perfil de temperatura del GC es el método principal para separar sus analitos, disolvente, y matriz. Su perfil de temperatura ha de ser optimizado para sus necesidades analíticas.
- Vd. puede también seleccionar la temperatura de horno máxima permitida, que debe ser ajustada a la temperatura máxima permitida por su método, no el máximo permitido por su columna. La temperatura máxima permitida por el GC es 450 °C. Esto previene que Vd. use accidentalmente una temperatura que pueda dañar su columna. El *prep-run timeout* es la cantidad de tiempo máxima que el GC esperará antes de renunciar a una inyección. Por ejemplo, con el valor por defecto de 10 minutos, si el GC está listo para recibir una inyección, pero tras diez minutos no la recibe, el GC interrumpirá la espera. Esto ocurre usualmente en caso de error. El tiempo de equilibración es una demora entre cuando el GC está a temperatura y cuando el GC informa de que está listo. Esta demora está ajustada normalmente en 0.5 minutos.



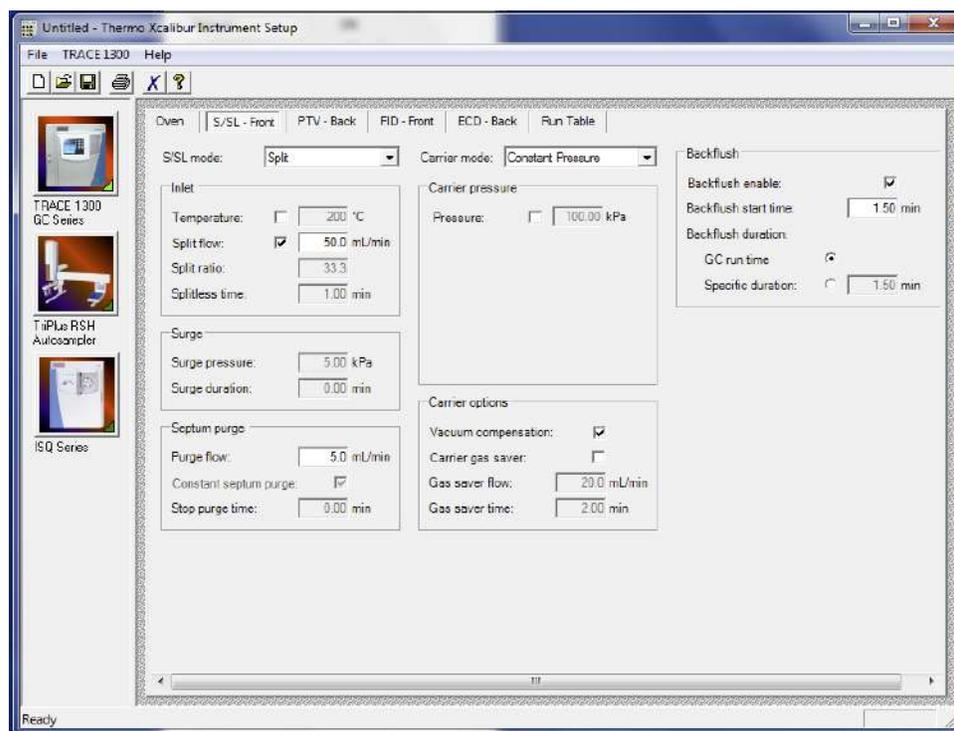
PRECAUCIÓN - DAÑO AL INSTRUMENTO. Asegúrese de no sobrecalentar la columna GC, ya que podría contaminar el espectrómetro de masas Serie ISQ.

- Los TRACE 1300 y 1310 GC también tienen la opción de posibilitar el uso de criogénesis para enfriar el horno. Si esta opción está seleccionada, la temperatura mínima permitida en una rampa de temperatura bajará de 0 °C a -99 °C. El GC también permite el uso de una limpieza de columna post-ejecución. Ésta no es normalmente usada porque el material purgado de la columna en este paso entraría al espectrómetro de masas Serie ISQ,

lo que podría ocasionar contaminación. Si Vd. quiere usar esta función, ajuste la temperatura del horno GC, así como la cantidad de tiempo a permanecer en esa temperatura después de finalizada la ejecución analítica. Vd. puede también ajustar la cantidad de presión usada para empujar el gas portador a través de la columna.

- Si Vd. tiene un inyector *split / splitless (SSL)*, haga clic en la pestaña **S/SL-Front** o **S/SL-Back** para configurar los ajustes de puerto del inyector. El inyector (*inlet*) debe estar activado y ajustado a una temperatura que sea al menos 10 °C más alta que el punto de ebullición de su analito menos volátil. El material debe ser inyectado al puerto para ser vaporizado y entrar rápidamente en la columna GC. Temperaturas más altas pueden acarrear la descomposición térmica de algunos analitos, por lo que Vd. tendrá que optimizar la temperatura del inyector para su análisis. La temperatura SSL puede ser ajustada hasta 400 °C (un valor típico sería 225 °C).

Figura 47. Búsqueda de los ajustes del Inyector SSL en el TRACE 1300 o TRACE 1310 GC



- Muy útil para diluir altas concentraciones de muestra, el flujo dividido (*Split flow*) es la cantidad de gas que es arrastrada a través del inyector al puerto de escape. Valores más altos acarrear mayor dilución. El *split flow* reducirá la cantidad de contaminación que se acumula en su sistema. La proporción de flujo dividido (*split flow ratio*) es la proporción de *Split flow* frente al flujo del gas portador. Y es, efectivamente, la proporción en la que está diluida la muestra. Este ajuste está normalmente activado y en un valor de flujo de 50 mL/min. Sin embargo, se usará más gas portador, de modo que para su análisis, valores más bajos de *split flow* pueden ser aceptables. Si Vd. ajusta el *split flow ratio*, el software calculará el correcto *split flow*. También sucede a la inversa.

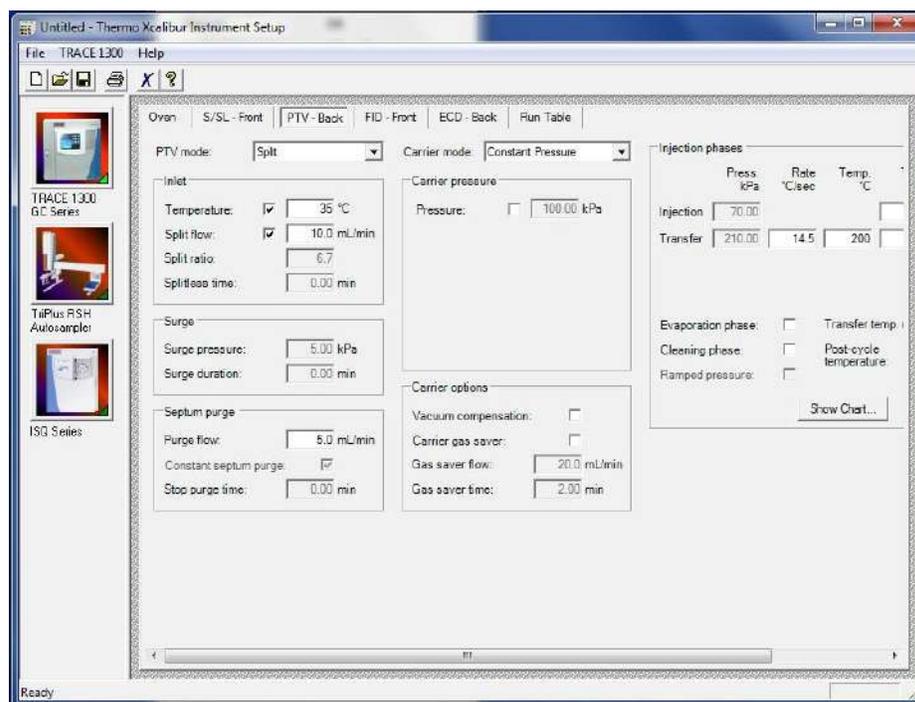
4 Creación de un método

Creación de un método para el GC

Consejo Recomendamos activar la purga del *septum*, lo que significa que irá gas portador adicional a través del inyector. El valor por defecto del flujo de purga es de 5 mL/min. Esto reduce la acumulación de contaminantes en el inyector, en la columna, y en el instrumento Serie ISQ. Si Vd. realiza una inyección sin *división* (*splitless*), el *split flow* será desactivado durante el tiempo sin *división*, incluso si el *split* está activado. La purga del *septum* se apagará durante “*stop purge time*”. Después de estos lapsos, el *split flow* y *septum purge* serán reactivados.

- b. Vd. puede ajustar el modo del gas portador a **Constant Flow** (flujo constante), **Constant Pressure** (presión constante), **Programmed Flow** (flujo programado), o **Programmed Pressure** (presión programada). El flujo de gas y la temperatura del horno son los dos agentes determinantes de cómo los analitos son separados y de qué duración tendrá el análisis. Si Vd. usa presión constante, dado que la columna es calentada en el horno, caerá el flujo, ya que la columna, más caliente, ofrece más resistencia al flujo del gas portador. Si Vd. usa flujo constante, la presión del gas portador aumentará dado que la temperatura de la columna aumenta para mantener el flujo constante. Flujo constante es más común. Son flujos típicos 1-3 mL/min. La presión depende de la longitud y dimensiones internas de la columna, por lo que no hay un valor típico. Dado que la salida de la columna está en el instrumento Serie ISQ, que estará bajo vacío, la compensación de vacío *debe* estar activada para asegurar flujos correctos.
- c. El flujo puede también ser operado en modos flujo programado o presión programada. En estos modos, Vd. puede usar hasta tres flujos o presiones durante un proceso analítico. Esto no es usado comúnmente, pero puede resultar necesario si Vd. afronta una separación particularmente difícil.
- d. Para reducir la cantidad de gas portador usada, seleccione **Carrier Gas Saver** (ahorrador de gas portador). Cuando se usa, se reducirá el flujo dividido a flujo ahorrador de gas en consecuencia al *gas saver time*. No es recomendable usar un flujo menor de 20 mL/min ya que podrían acumularse contaminantes en el inyector, columna, e instrumento Serie ISQ, lo que puede afectar al rendimiento del sistema. También podría ocurrir que retornara aire a la columna con flujos de *split* bajos cuando la presión es baja en la cabecera de la columna.
- e. Finalmente, si su análisis requiere un flujo mayor para insuflar rápidamente los analitos a la columna, lo que puede resultar necesario con inyectores a alta temperatura y compuestos termalmente lábiles, Vd. puede usar *surge pressure* (aumento de presión) para incrementar el flujo de la columna durante un lapso *surge duration* (duración del aumento).

Figura 48. Localización de los ajustes del gas portador en los TRACE 1300 o TRACE 1310 GC

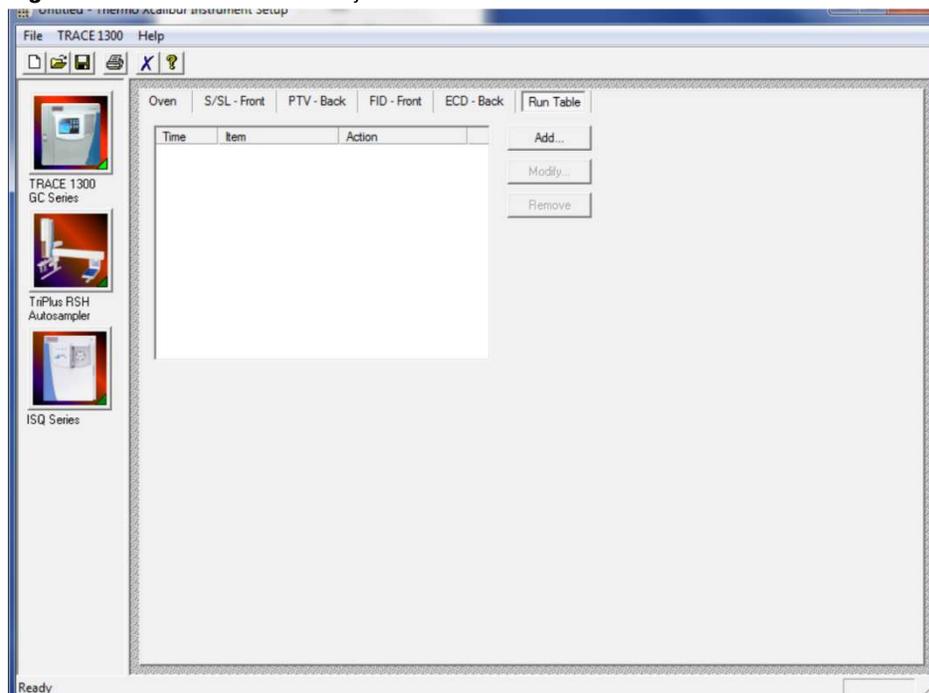


4. Si Vd. tiene un vaporizador de temperatura programable (PTV), haga clic en la pestaña **PTV-Front** o **PTV-Back** para configurarlo. El PTV es un inyector de baja inercia térmica que permite al instrumento calentar o enfriar rápidamente la entrada. Vd. puede usar la pestaña PTV para programar la temperatura del inyector. Vea la documentación GC para más detalles sobre el PTV y otros tipos de inyectores.
5. Haga clic en la pestaña **Run Table** para configurar como controlar las válvulas y otros dispositivos externos. Consulte la documentación GC para información más detallada.

4 Creación de un método

Creación de un método para el GC

Figura 48. Localización de los ajustes *Run Table* en los TRACE 1300 o TRACE 1310 GC



Nota La interfaz de usuario refleja la configuración actual de su GC. Si Vd. añade, quita o cambia entradas o detectores, rehaga el método de su instrumento de acuerdo con la nueva configuración GC.

6. Para añadir un inyector o detector a la interfaz de usuario del editor de métodos:
 - a. Conecte el inyector o detector al GC. Vea instrucciones en documentación GC.
 - b. Añada el inyector o detector a la configuración actual del instrumento. Vaya a **Start | All Programs | Thermo Foundation 3.0 | Instrument Configuration**.
 - c. En el panel **Configured Devices**, haga clic en el icono TRACE 1300 o TRACE 1310 GC. Seleccione **Configure**.

Figura 50. Configuración de entradas o detectores en el TRACE 1300 o TRACE 1310 GC



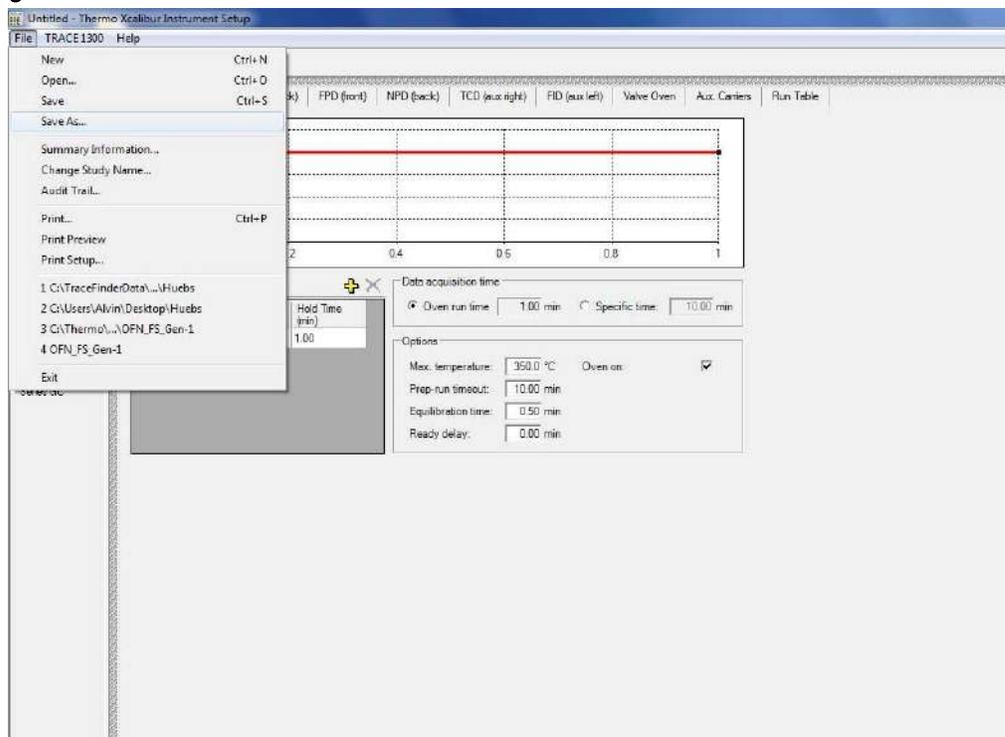
- d. Seleccione la pestaña apropiada **Inlet** o **Detector**.
- e. Haga clic en **Get**. El software automáticamente detecta los módulos conectados. Seleccione los gases de acuerdo con sus intenciones. Los nombres por defecto de los canales son *Channel 1* y *Channel 2*. Vd. puede querer cambiarlos por otros nombres más descriptivos. Su hardware está ya configurado.

4 Creación de un método

Creación de un método para el GC

7. Cuando haya terminado de crear métodos para cada componente en su sistema GC/MS, seleccione **File | Save As...** del menú principal o haga clic en el icono  .

Figura 51. Guardando un método TRACE 1300 o TRACE 1310 GC



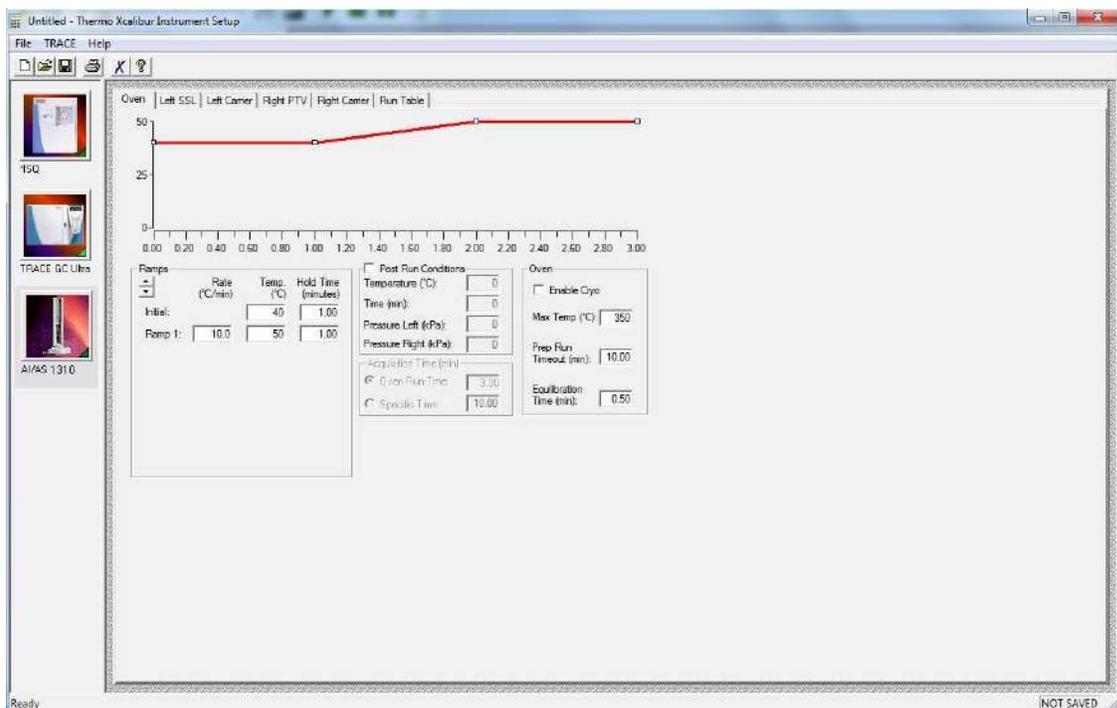
Creación de un método para el TRACE GC Ultra

❖ Para crear un método para el TRACE GC Ultra

Nota Este proceso solamente cubre el SSL izquierdo, pero el proceso es el mismo para el SSL derecho. Para más información de cómo usar los otros tipos de inyector, consulte la documentación del TRACE GC Ultra.

1. Haga clic en la pestaña **Oven** para ajustar las temperaturas del horno. Siempre hay, al menos, una temperatura y tiempo en cualquier programa de temperatura GC. En la fila *Initial*, introduzca la temperatura inicial, que debe estar 4 °C por encima de la temperatura ambiente, y ser menor que la temperatura de operación máxima de su columna GC. Si Vd. establece la temperatura inicial en un valor por debajo de este límite, el GC no alcanzará la temperatura inicial. Si Vd. establece la temperatura por encima del límite, la columna GC se dañará. Vd. puede establecer el tiempo inicial de espera en un valor entre 0 y 999.99 minutos. La temperatura inicial típica es de al menos 10 °C por encima del punto de ebullición del disolvente de su muestra y el tiempo inicial es por regla general lo suficientemente largo para que el disolvente se desplace a través de la columna.

Figura 52. Ajuste de los parámetros del horno TRACE GC Ultra



- a. Vd. puede seleccionar un máximo de siete rampas de temperatura, cada una con su propia velocidad de incremento de temperatura, temperaturas finales y tiempos de espera. Un programa típico tendrá una o dos rampas. El perfil de temperatura GC es el método principal para separar sus analitos, disolvente, y matriz. Su perfil de temperatura ha de ser optimizado para sus necesidades analíticas.
- b. Vd. puede también seleccionar la temperatura de horno máxima permitida, que debe ser ajustada a la temperatura máxima permitida por su método, no el máximo permitido por su columna. La temperatura máxima permitida por el GC es 450 °C. Esto previene que Vd. use accidentalmente una temperatura que pueda dañar su columna. El *prep-run timeout* es la cantidad de tiempo máxima que el GC esperará antes de renunciar a una inyección. Por ejemplo, con el valor por defecto de 10 minutos, si el GC está listo para recibir una inyección, pero tras diez minutos no la recibe, el GC interrumpirá la espera. Esto ocurre usualmente en caso de error. El tiempo de equilibración es una demora entre cuando el GC está a temperatura y cuando el GC informa de que está listo. Esta demora está ajustada normalmente en 0.1 minutos.
 2. El TRACE GC Ultra también tiene la opción de posibilitar el uso de crio génesis para enfriar el horno. Si esta opción está seleccionada, la temperatura mínima permitida en una rampa de temperatura bajará de 0 °C a -99 °C. El GC también permite el uso de una limpieza de columna post-ejecución. Ésta no es normalmente usada porque el material purgado de la columna en este paso entraría al instrumento Serie ISQ, lo que podría ocasionar contaminación. Si Vd. quiere usar esta función, ajuste la temperatura del horno GC, así como la cantidad de tiempo a permanecer en esa temperatura después de finalizada

4 Creación de un método

Creación de un método para el GC

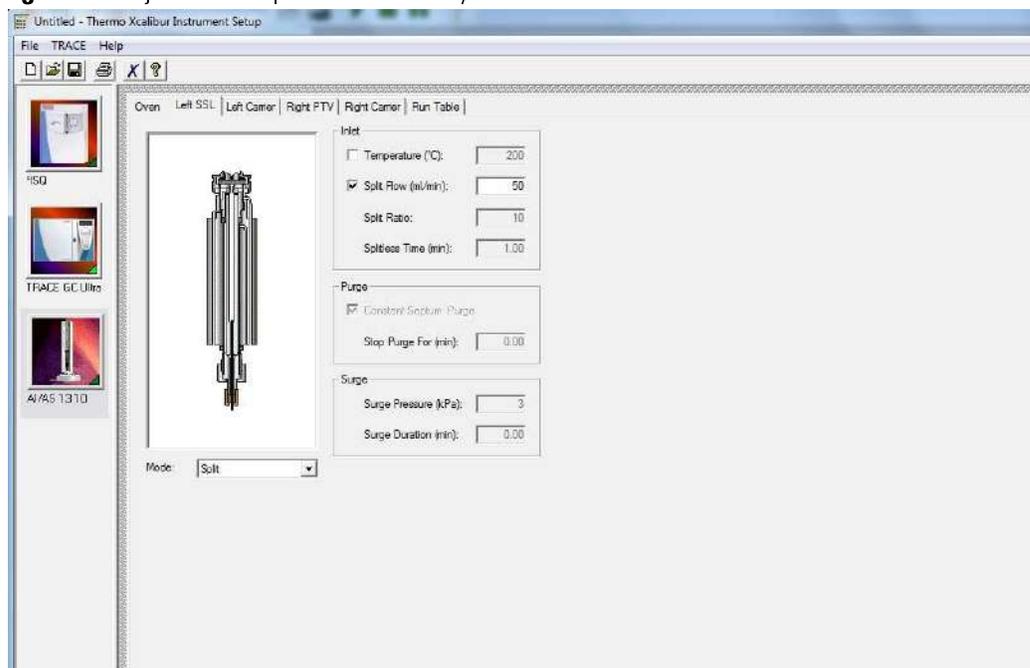
la ejecución analítica. Vd. puede también ajustar la cantidad de presión usada para empujar el gas portador a través de la columna.



PRECAUCIÓN - DAÑO AL INSTRUMENTO. Asegúrese de no sobrecalentar la columna GC, ya que podría contaminar el espectrómetro de masas Serie ISQ.

3. Si Vd. tiene un inyector *split / splitless (SSL)*, haga clic en la pestaña **Left SSL** o **Right SSL** para configurar los ajustes de puerto del inyector. El inyector debe estar activado y ajustado a una temperatura que sea al menos 10 °C más alta que el punto de ebullición de su analito menos volátil. El material debe ser inyectado al puerto para ser vaporizado y entrar rápidamente en la columna GC. Temperaturas más altas pueden acarrear la descomposición térmica de algunos analitos, por lo que Vd. tendrá que optimizar la temperatura del inyector para su análisis. La temperatura SSL puede ser ajustada hasta 400 °C (un valor típico sería 225 °C).

Figura 53. Ajuste de los parámetros del inyector SSL TRACE GC Ultra

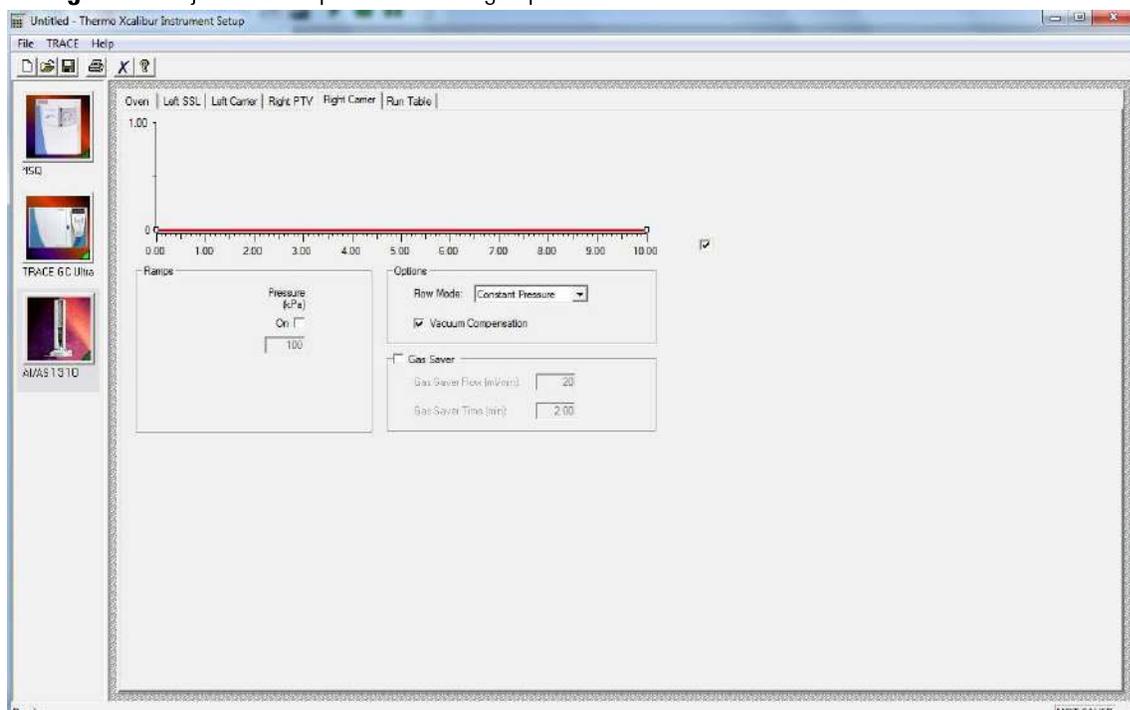


- a. Muy útil para diluir altas concentraciones de muestra, el flujo dividido (*Split flow*) es la cantidad de gas que es arrastrada a través del inyector al puerto de escape. Valores más altos acarrear mayor dilución. El *split flow* reducirá la cantidad de contaminación que se acumula en su sistema. La proporción de flujo dividido (*split flow ratio*) es la proporción de *Split flow* frente al flujo del gas portador. Y es, efectivamente, la proporción en la que está diluida la muestra. Este ajuste está normalmente activado y en un valor de flujo de 50 mL/min. Sin embargo, se usará más gas portador, de modo que para su análisis, valores más bajos de *split flow* pueden ser aceptables.

Consejo Recomendamos activar la purga del *septum*, lo que significa que irán 5 mL/min de gas portador adicional a través del inyector. Esto reduce la acumulación de contaminantes en el inyector, en la columna, y en el instrumento Serie ISQ. Si Vd. realiza una inyección sin *división* (*splitless*), el *split flow* será desactivado durante el tiempo sin *división*, incluso si el *split* está activado. La purga del *septum* se apagará durante “*stop purge time*”. Después de estos lapsos, el *split flow* y *septum purge* serán reactivados.

- b. Finalmente, si su análisis requiere un flujo mayor para insuflar rápidamente los analitos a la columna, lo que puede resultar necesario con inyectores a alta temperatura y compuestos termalmente lábiles, Vd. puede usar *surge pressure* (aumento de presión) para incrementar el flujo de la columna durante un lapso *surge duration* (duración del aumento).

Figura 54. Ajuste de los parámetros del gas portador en el TRACE GC Ultra



4. Si Vd. tiene un vaporizador de temperatura programable (PTV), haga clic en la pestaña **PTV-Front** o **PTV-Back** para configurarlo. El PTV es un inyector de baja inercia térmica que permite al instrumento calentar o enfriar rápidamente la entrada. Vd. puede usar la pestaña PTV para programar la temperatura del inyector. Vea la documentación GC para más detalles sobre el PTV y otros tipos de inyectores.
5. Haga clic en la pestaña **Left Carrier** o **Right Carrier**. El flujo de gas y la temperatura del horno son los dos agentes determinantes de cómo los analitos son separados y de qué duración tendrá el análisis. Si Vd. usa presión constante, dado que la columna es calentada en el horno, caerá el flujo, ya que la columna, más caliente, ofrece más resistencia al flujo del gas portador. Si Vd. usa flujo constante, la presión del gas portador aumentará dado que la temperatura de la columna aumenta para mantener el flujo constante. Flujo constante es más común. Son

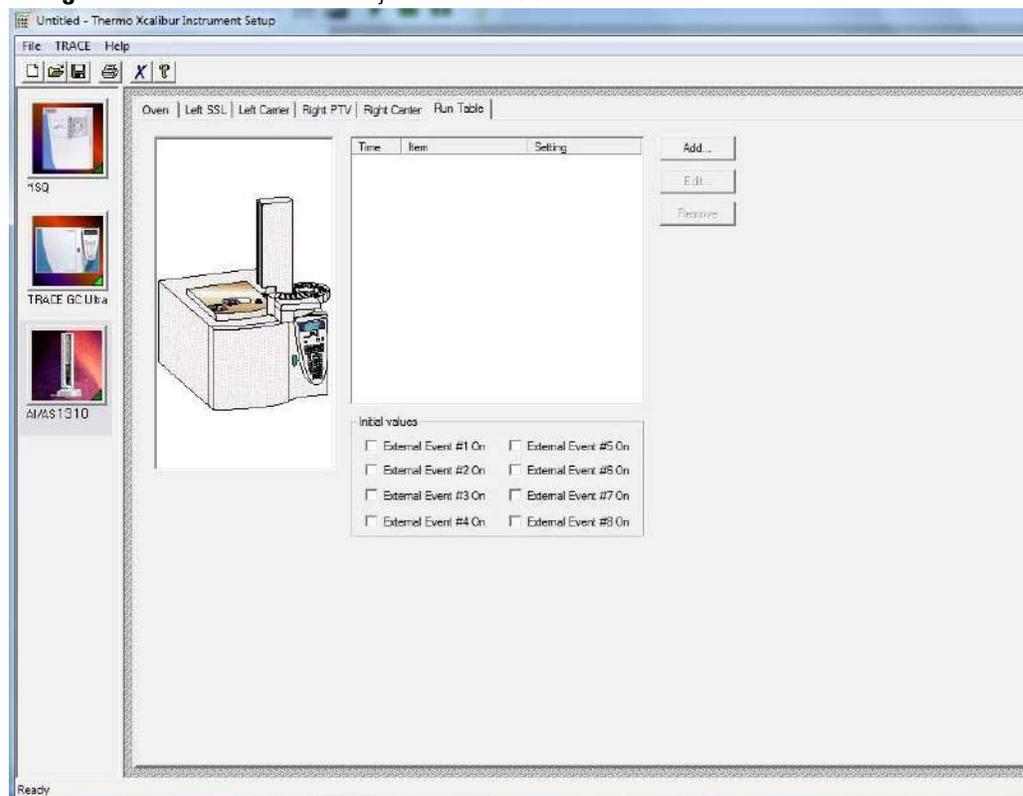
4 Creación de un método

Creación de un método para el GC

flujos típicos 1-3 mL/min. La presión depende de la longitud y dimensiones internas de la columna, por lo que no hay un valor típico. Dado que la salida de la columna está en el instrumento Serie ISQ, que estará bajo vacío, la compensación de vacío *debe* estar activada.

- a. El flujo puede también ser operado en modos flujo programado o presión programada. En estos modos, Vd. puede usar hasta tres flujos o presiones durante un proceso analítico. Esto no es usado comúnmente, pero puede resultar necesario si Vd. afronta una separación particularmente difícil.
 - b. Para reducir la cantidad de gas portador usada, active el modo **Gas Saver** (ahorrador de gas). Cuando se usa, se reducirá el flujo dividido a flujo ahorrador de gas en consecuencia al *gas saver time*. No es recomendable usar un flujo menor de 20 mL/min ya que podrían acumularse contaminantes en el inyector, columna, e instrumento Serie ISQ, lo que puede afectar al rendimiento del sistema.
6. Haga clic en la pestaña **Run Table** para configurar como controlar las válvulas y otros dispositivos externos. Consulte la documentación apropiada para información más detallada.

Figura 55. Localización de los ajustes *Run Table* en el TRACE GC Ultra



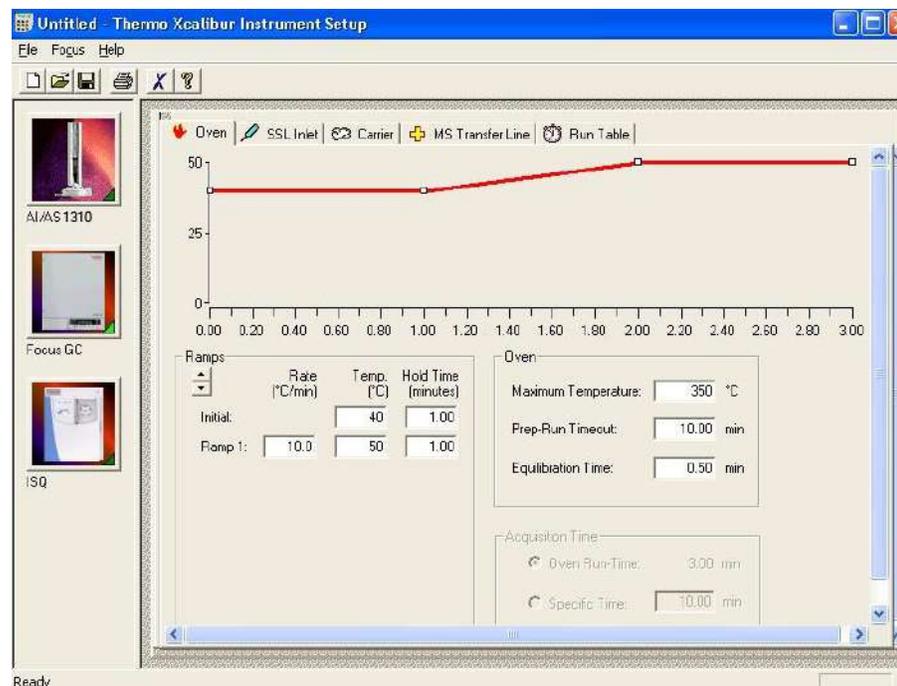
Creación de un método para el FOCUS GC

❖ Para crear un método para el FOCUS GC

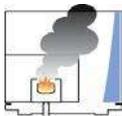
1. Haga clic en la pestaña **Oven** para ajustar las temperaturas del horno. Siempre hay, al menos, una temperatura y tiempo en cualquier programa de temperatura GC. En la fila *Initial*, introduzca la temperatura inicial, que debe estar 4 °C por encima de la temperatura

ambiente, y ser menor que la temperatura de operación máxima de su columna GC. Si Vd. establece la temperatura inicial en un valor por debajo de este límite, el GC no alcanzará la temperatura inicial. Si Vd. establece la temperatura por encima del límite, la columna GC se dañará. Vd. puede establecer el tiempo inicial de espera en un valor entre 0 y 600 minutos. La temperatura inicial típica es de al menos 10 °C por encima del punto de ebullición del disolvente de su muestra y el tiempo inicial es por regla general lo suficientemente largo para que el disolvente se desplace a través de la columna.

Figura 56. Ajuste de los parámetros del horno FOCUS GC



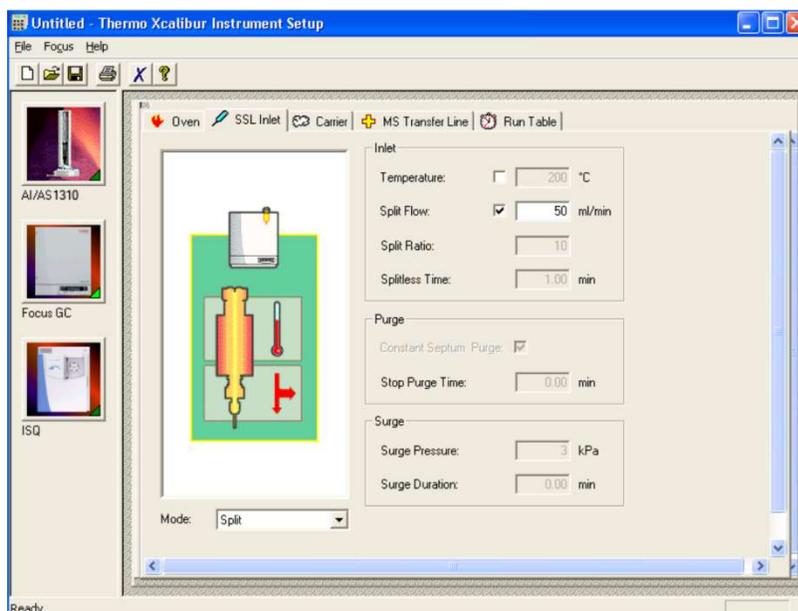
- Vd. puede seleccionar un máximo de siete rampas de temperatura, cada una con su propia velocidad de incremento de temperatura, temperaturas finales y tiempos de espera. Un programa típico tendrá una o dos rampas. Sin embargo, el perfil de temperatura GC es el método principal para separar unos de otros sus analitos, el disolvente, y la matriz. Su perfil de temperatura ha de ser optimizado para sus necesidades analíticas.
- Vd. puede también seleccionar la temperatura de horno máxima permitida, que debe ser ajustada a la temperatura máxima permitida por su método, no el máximo permitido por su columna. La temperatura máxima permitida por el GC es 450 °C. Esto previene que Vd. use accidentalmente una temperatura que pueda dañar su columna. El *prep-run timeout* es la cantidad de tiempo máxima que el GC esperará antes de renunciar a una inyección. Por ejemplo, con el valor por defecto de 10 minutos, si el GC está listo para recibir una inyección, pero tras diez minutos no la recibe, el GC interrumpirá la espera. Esto ocurre usualmente en caso de error. El tiempo de equilibración es una demora entre cuando el GC está a temperatura y cuando el GC informa de que está listo. Esta demora está ajustada normalmente en 0.1 minutos.



PRECAUCIÓN - DAÑO AL INSTRUMENTO. Asegúrese de no sobrecalentar la columna GC, ya que podría contaminar el espectrómetro de masas Serie ISQ.

2. Si Vd. tiene un inyector *split / splitless (SSL)*, haga clic en la pestaña SSL para configurar los ajustes de puerto del inyector.

Figura 57. Ajuste de los parámetros SSL en el FOCUS GC



- a. El inyector debe estar activado y ajustado a una temperatura que sea al menos 10 °C más alta que el punto de ebullición de su analito menos volátil. El material debe ser inyectado al puerto para ser vaporizado y entrar rápidamente en la columna GC. Temperaturas más altas pueden acarrear la descomposición termal de algunos analitos, por lo que Vd. tendrá que optimizar la temperatura del inyector para su análisis. La temperatura SSL debe ser ajustada entre 50 y 375 °C (un valor típico sería 225 °C).
- b. Muy útil para diluir altas concentraciones de muestra, el flujo dividido (*Split flow*) es la cantidad de gas que es arrastrada a través del inyector al puerto de escape. Valores más altos acarrear mayor dilución. El *split flow* reducirá la cantidad de contaminación que se acumula en su sistema. La proporción de flujo dividido (*split flow ratio*) es la proporción de *Split flow* frente al flujo del gas portador. Y es, efectivamente, la proporción en la que está diluida la muestra. Este ajuste está normalmente encendido y en un valor de flujo de 50 mL/min. Sin embargo, se usará más gas portador, de modo que para su análisis, valores más bajos de *split flow* pueden ser aceptables.

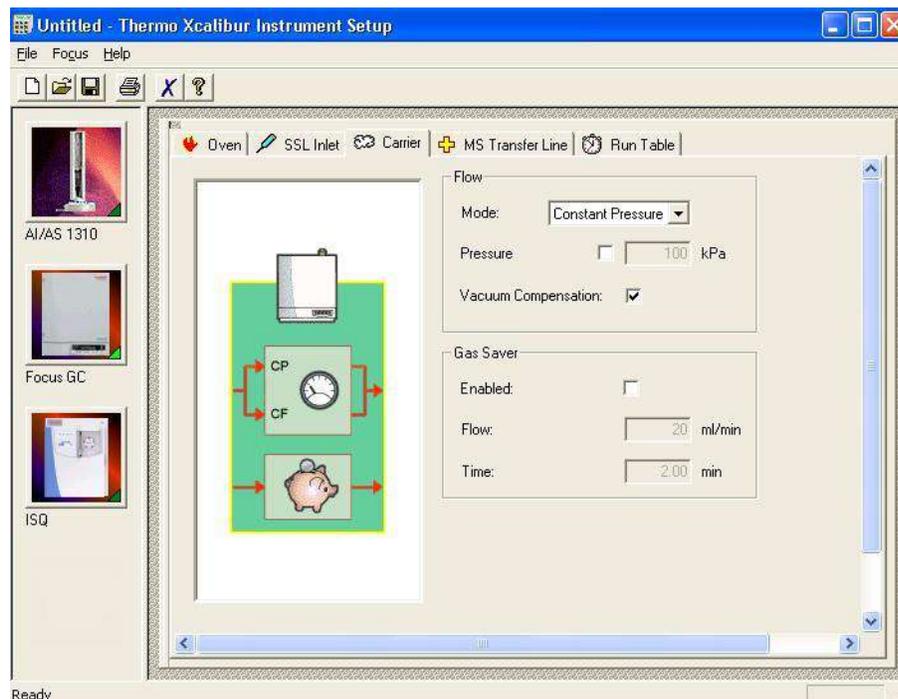
Consejo Recomendamos activar la purga del *septum* (*septum purge*), lo que significa que irán 5 mL/min de gas portador adicional a través del inyector. Esto reduce la acumulación de contaminantes en el inyector, en la columna, y en el instrumento Serie ISQ. Si Vd. realiza una inyección sin división (*splitless*), el *split flow* será desactivado durante el tiempo sin división, incluso si el *split* está activado. La purga del *septum* se apagará durante “*stop purge time*”. Después de estos lapsos, el *split flow* y *septum purge* serán reactivados.

- c. Finalmente, si su análisis requiere un flujo mayor para insuflar rápidamente los analitos a la columna, lo que puede resultar necesario con inyectores a alta temperatura y compuestos termalmente lábiles, Vd. puede usar *surge pressure* (aumento de presión) para incrementar el flujo de la columna durante un lapso *surge duration* (duración del aumento).
3. Haga clic en la pestaña **Carrier**, que se usa para ajustar los flujos de gas portador. El flujo de gas y la temperatura del horno son los dos agentes determinantes de cómo los analitos son separados y de qué duración tendrá el análisis. Vd. puede elegir o presión constante o temperatura constante. Si Vd. usa presión constante, dado que la columna es calentada en el horno, caerá el flujo, ya que la columna, más caliente, ofrece más resistencia al flujo del gas portador. Si Vd. usa flujo constante, la presión del gas portador aumentará dado que la temperatura de la columna aumenta para mantener el flujo constante. Flujo constante es más común. Son flujos típicos 1-3 mL/min. La presión depende de la longitud y dimensiones internas de la columna, por lo que no hay un valor típico. Dado que la salida de la columna está en el instrumento Serie ISQ, que estará bajo vacío, la compensación de vacío debe estar activada.

4 Creación de un método

Creación de un método para el GC

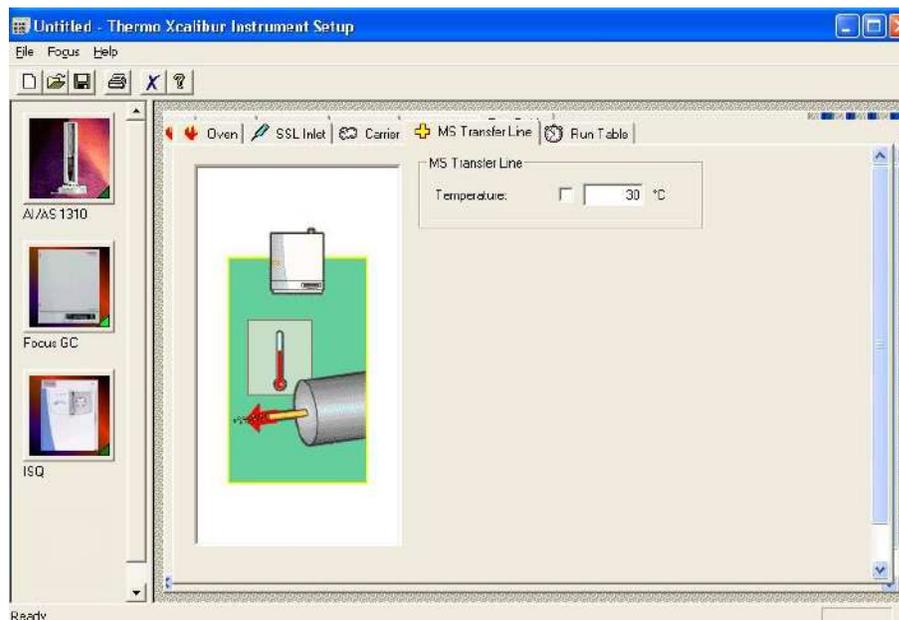
Figura 58. Ajuste de los parámetros del gas portador en el FOCUS GC



Para reducir la cantidad de gas portador usada, active el modo *Gas Saver* (ahorrador de gas). Cuando se usa, se reducirá el flujo dividido a flujo ahorrador de gas en consecuencia al *gas saver time*. No es recomendable usar un flujo menor de 20 mL/min ya que podrían acumularse contaminantes en el inyector, columna, e instrumento Serie ISQ, lo que puede afectar al rendimiento del sistema.

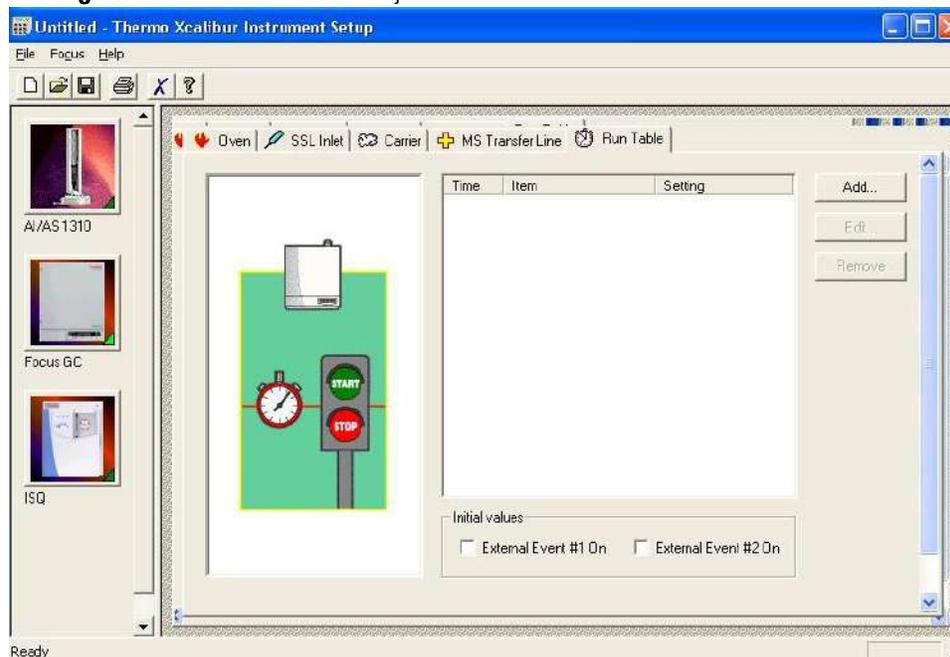
4. Haga clic en la pestaña **MS Transfer Line** para ajustar la temperatura de la línea de transferencia para un instrumento diferente. Esta pestaña no se usa en el espectrómetro de masas Serie ISQ.

Figura 59. Ajuste de los parámetros *Transfer Line* en el FOCUS GC



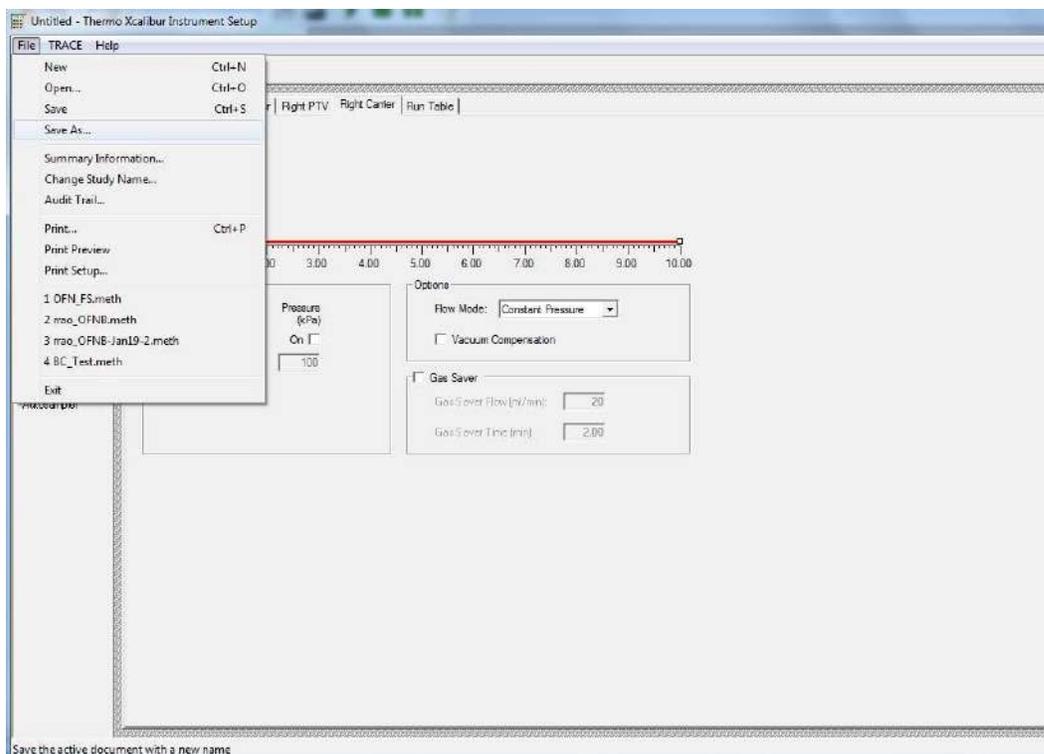
5. Haga clic en la pestaña **Run Table** para configurar como controlar las válvulas y otros dispositivos externos. Consulte la documentación apropiada para información más detallada.

Figura 60. Localización de los ajustes *Run Table* en el FOCUS GC



6. Cuando haya terminado de crear métodos para cada componente en su sistema GC/MS, seleccione **File | Save As...** del menú principal o haga clic en el icono  .

Figura 61. Guardando su método del instrumento Serie ISQ



Uso de AutoSIM

Este capítulo le ayudará a usar la utilidad de software AutoSIM para establecer y ejecutar un estudio de iones SIM. Además de instrucciones para establecer y ejecutar cada estudio, este capítulo le ofrece los pasos para importar la lista resultante de iones SIM al Editor de métodos Serie ISQ y acceder a ellos para uso rutinario.

Nota Deben ser establecidos los métodos para GC y muestreador automático a través del Editor de métodos Serie ISQ antes de desarrollar su Método AutoSIM.

Contenido

- [Determinación de iones SIM](#)
- [Importación de transiciones al editor de métodos](#)

Determinación de iones SIM

El propósito de un estudio AutoSIM es seleccionar sus iones SIM. Después de dar nombre a sus compuestos e introducir sus números de vial y tiempos de retención, AutoSIM ordena a su Sistema Serie ISQ ejecutar un análisis full-scan en los compuestos.

Después de completado el análisis full-scan, AutoSIM le presenta los picos cromatográficos resultantes y espectros de barrido completo, y a continuación ofrece ajustes opcionales para clasificar los resultados de sus iones SIM.

Nota Vd. debe tener concentraciones estándar de rango medio (500 pg/μL–10 ng/μL) antes de establecer su método AutoSIM.

❖ Para determinar sus Iones SIM en AutoSIM

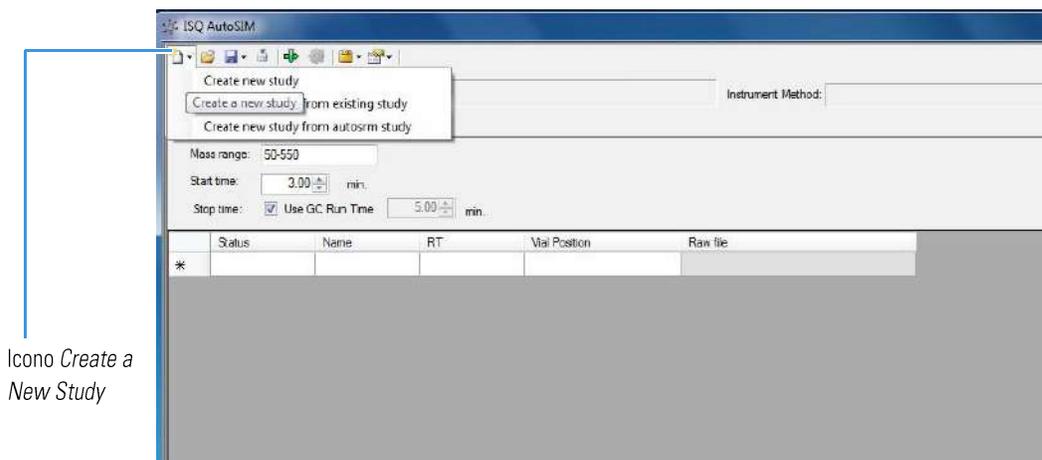
1. Haga clic en el botón AutoSIM en el *ISQ Dashboard* para abrir la utilidad AutoSIM. Vea la [Figura 62](#).

Figura 62. Acceso a AutoSIM en el ISQ Dashboard



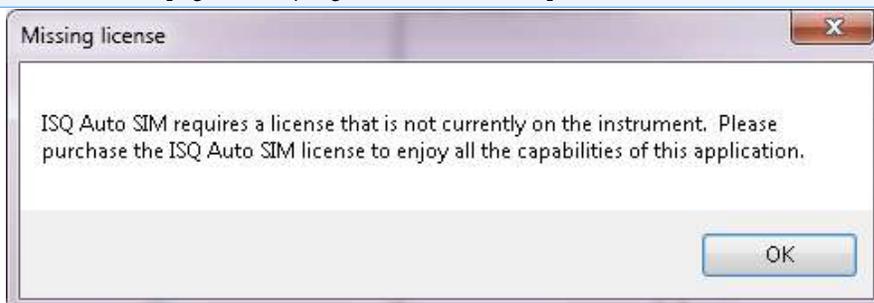
2. Haga clic en el icono *Create a New Study* (a la izquierda) para crear un estudio nuevo.

Figura 63. Nuevo estudio AutoSIM



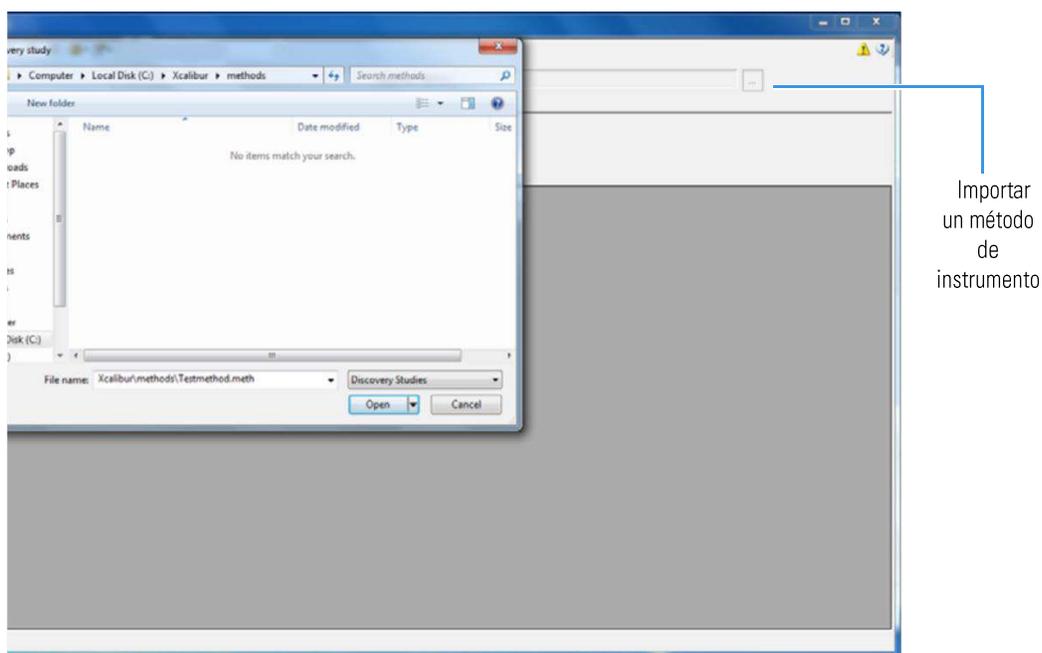
3. Se abre una ventana con un estudio nuevo.

Nota Si en cualquier momento Vd. ve el mensaje de error siguiente, vaya a [Mejora del Software](#) en la página 149 y siga las instrucciones para obtener su licencia de software.



4. Siga el vínculo a su archivo de método de instrumento guardado (que Vd. creó usando el Editor de Métodos) haciendo clic en el icono de puntos suspensivos junto a la ventana Método de instrumento. AutoSIM usará los parámetros de GC y muestreador automático de este archivo de método. Vea la [Figura 64](#).

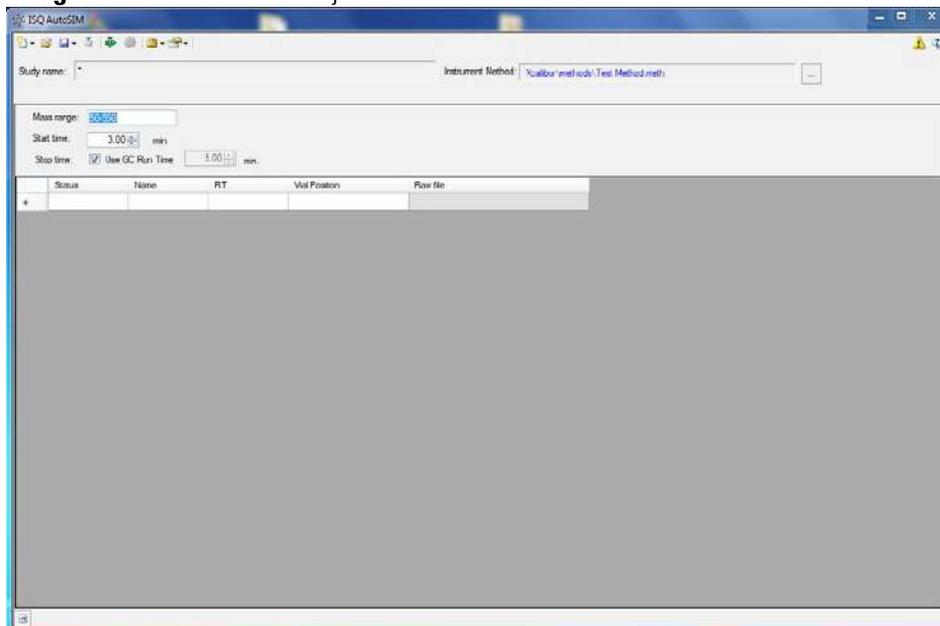
Figura 64. Recuperación de un método de instrumento



5. Seleccione un archivo de método de instrumento y haga clic en *Open*.
6. Vd. podrá ajustar el rango de masas, *Start Time*, y *Stop Time*. Vea la [Figura 65](#).

Cualquier cambio que Vd. haga a su Método MS aquí prevalecerá sobre los ajustes del editor de métodos.

Figura 65. Introduciendo ajustes

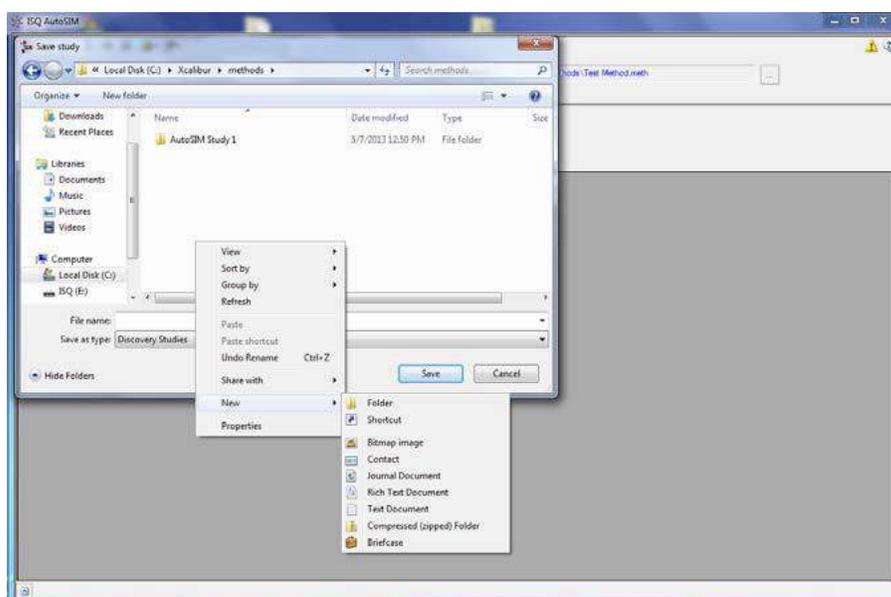


7. Introduzca el nombre del compuesto, el tiempo de retención aproximado, y un número de vial para cada compuesto que desee optimizar. Si ya dispone de un método para procesar datos de barrido completo, Vd. puede elegir importar compuestos desde un archivo externo. Sus nombres y tiempos de retención rellenarán la lista de compuestos y su ion de cuantificación primario se mostrará en la casilla filtro de masas (*mass filter*) una vez se hayan adquirido los datos del barrido completo.

8. Guarde el estudio.

Consejo Cree una carpeta para todos los archivos asociados con su estudio AutoSIM. De otro modo, los archivos resultantes del estudio serán guardados en la carpeta general de métodos de instrumento, saturándola. Vea la [Figura 66](#).

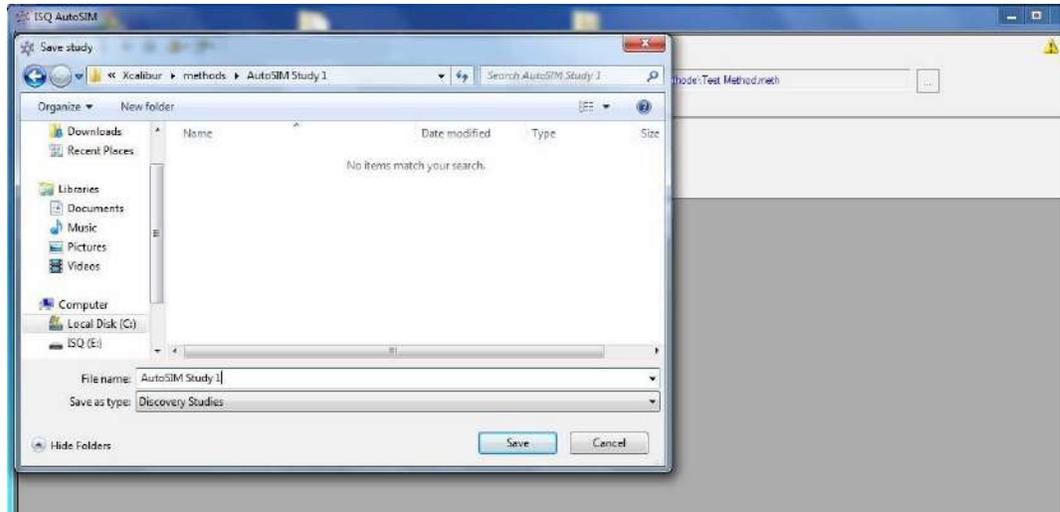
Figura 66. Creación de una carpeta de estudios AutoSIM



9. Abra la carpeta.
10. Dé a su estudio un nombre de archivo.
11. Guarde su estudio en la carpeta de estudios. Vea la [Figura 67](#).

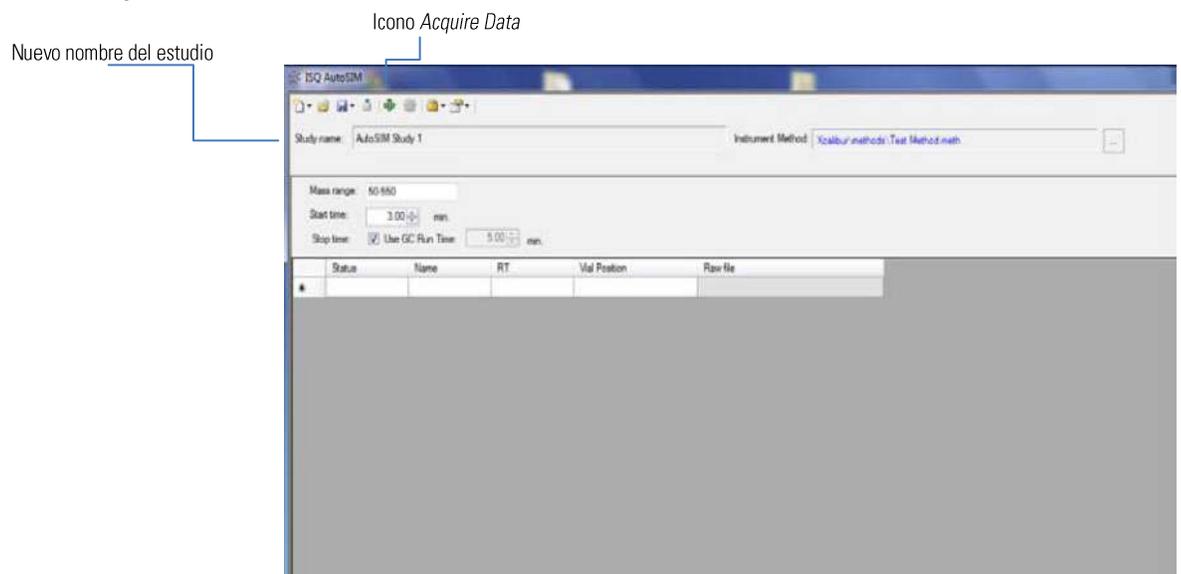
Nota Todos los archivos, incluyendo los archivos de datos sin procesar, que genera AutoSIM serán guardados en la misma carpeta en la que Vd. guarde el archivo del estudio. Para simplificar su trabajo, cree una carpeta para su estudio.

Figura 67. Guardando un Estudio AutoSIM



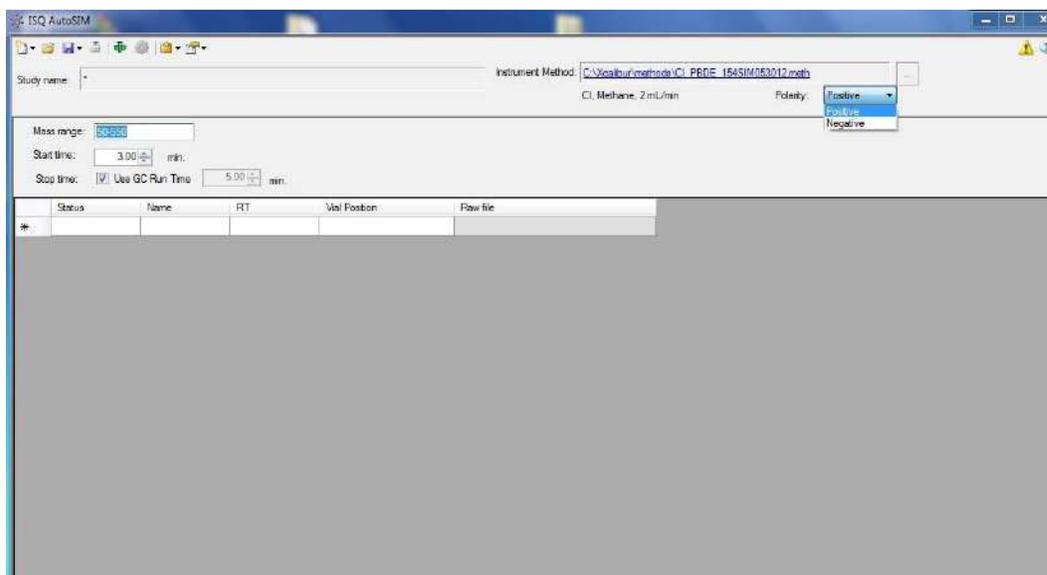
12. Se cierra la ventana del Explorador de Windows.
13. El nombre del estudio AutoSIM es el nombre que Vd. le asignó. Vea la [Figura 68](#).

Figura 68. Adquisición de datos



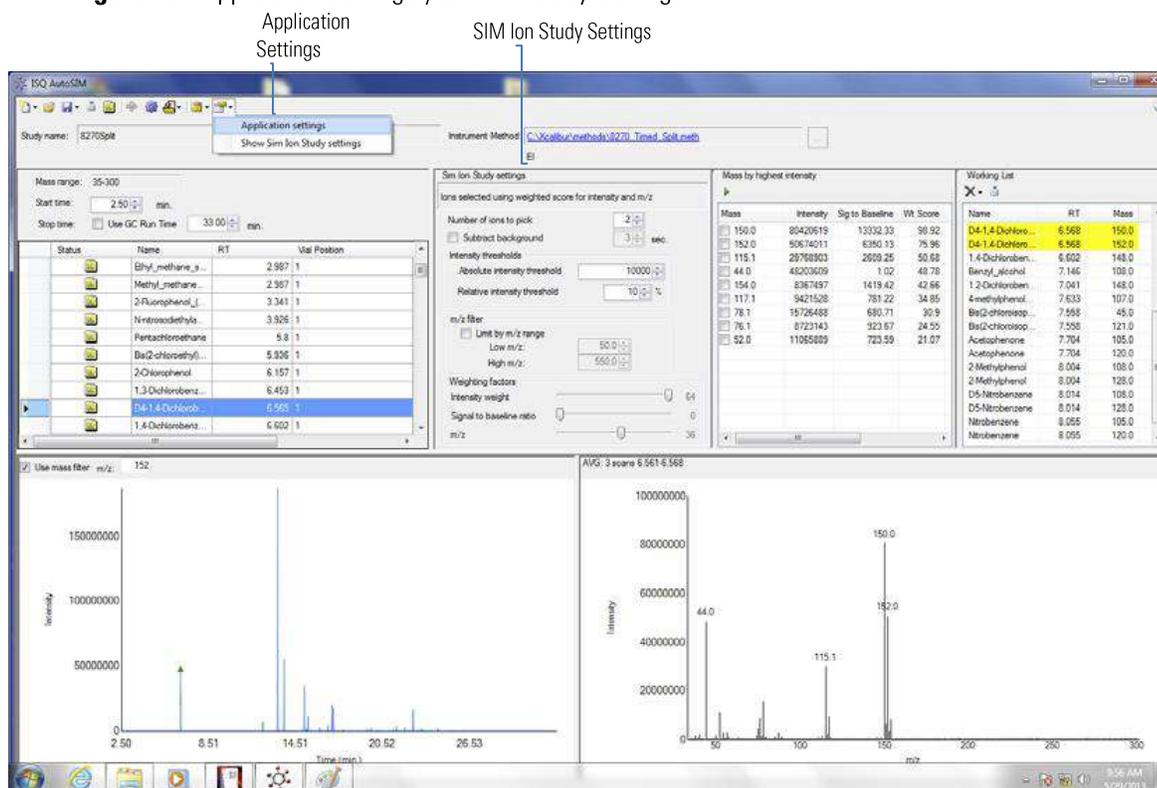
14. (Solo CI) Si Vd. está llevando a cabo un estudio de ionización química (CI), seleccione **Positive** o **Negative** del menú desplegable **Ion Polarity**. Vea la [Figura 69](#).

Figura 69. Ajustando la polaridad de ion en un método CI



15. Para acceder a las opciones de los ajustes de ion SIM, haga clic en el icono **Applications Settings** y seleccione **SIM Ion Settings** para abrir este cuadro. Vea la [Figura 70](#).

Figura 70. Application Settings y SIM Ion Study Settings

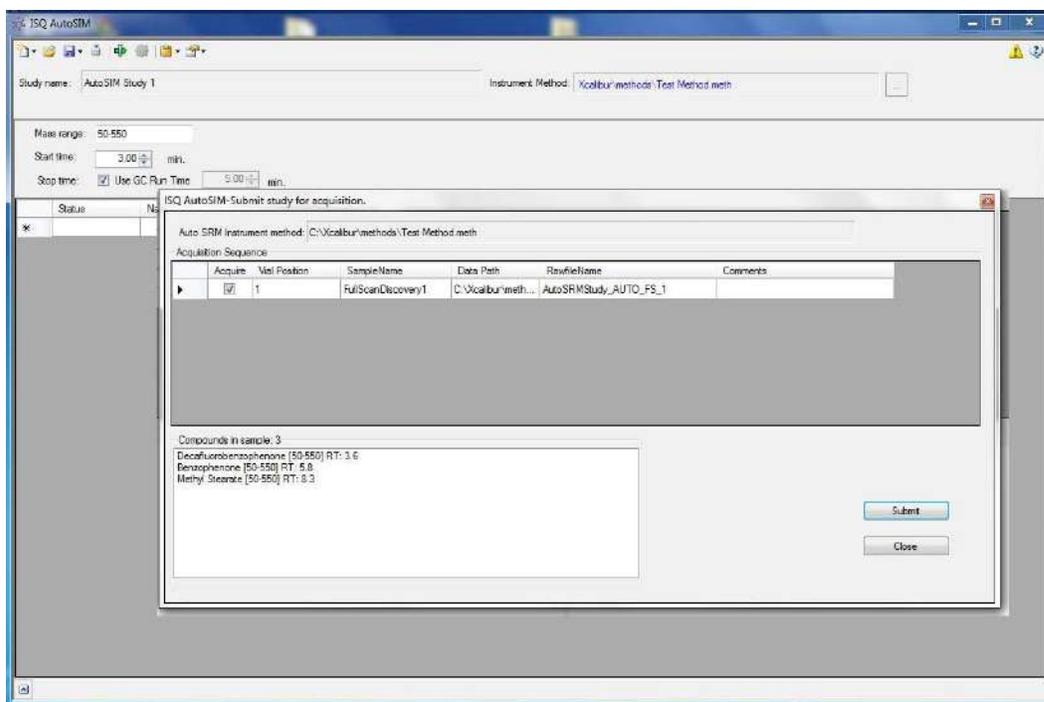


16. Por defecto, los iones SIM se ordenan por su mayor intensidad en el cuadro *SIM Ion Study Settings*, Vd. puede seleccionar Iones SIM según los siguientes criterios.
- a. **Number of Ions to Pick:** Selecciona el número de iones SIM tomados por cada compuesto.
 - b. **Subtract Background:** Seleccionando esta casilla sustrae fondo del espectro, lo que puede reducir automáticamente el ruido en línea base del pico elegido. Esto ayudará a identificar los compuestos de su interés, clarificar las intensidades, y reducir la exudación de la columna. Si la sustracción automática de fondo no es ideal (p.ej., debido a picos co-eluyentes), Vd. puede seleccionar sustraer fondo manualmente para compuestos individuales haciendo clic derecho en el cromatograma y después resaltando el escaneo o escaneos a usar para la sustracción.
 - c. **Intensity Thresholds:** Le permite elegir niveles de intensidad.
 - i. **Absolute Intensity Threshold:** Ajusta el rango de intensidad en el que deben entrar todos los iones para ser seleccionados como candidatos a iones SIM. Todos los iones deben ser mayores que esta intensidad para ser seleccionados como candidatos a iones SIM.
 - ii. **Minimum Intensity Threshold:** Ajusta la intensidad mínima para que un ion sea candidato a la lista de iones SIM. Los iones deben tener una abundancia relativa mayor que, o igual a este porcentaje para ser seleccionados como candidatos a iones SIM.
 - d. **Limit by m/z Range:** Marque esta casilla y ajuste los m/z bajo y alto para limitarse en su lista de selección de iones SIM a ciertas masas dentro del rango de escaneo establecido.
 - e. **Weighting Factors:** Use las barras de desplazamiento y las casillas para ajustar los valores que Vd. quiere dar a cada ajuste del estudio de iones SIM.
17. Haga clic en el icono **Acquire Data** para procesar sus muestras. Vea la Figura 68.

Nota AutoSIM calcula el número de inyecciones que se necesitan basándose en la lista de compuestos y en las posiciones de vial que Vd. asignó.

18. Se abre la ventana **Submit Study for Acquisition** (Envío de un estudio para adquisición). Vea la [Figura 71](#).

Figura 71. Envío de un estudio para adquisición



19. Haga clic en **Submit** para enviar las muestras al instrumento.

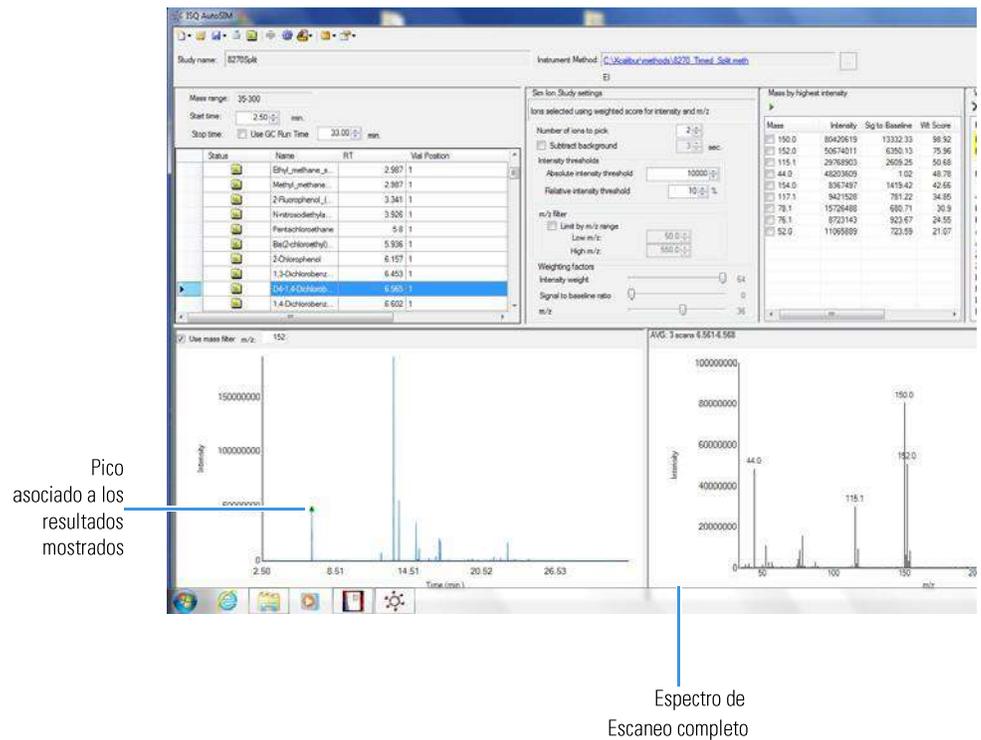
Una vez las muestras han terminado de procesarse, el software analiza los datos.

20. Los resultados aparecen en la ventana AutoSIM. Vea la [Figura 72](#).

Los resultados mostrados corresponden al pico coronado por un triángulo verde. El panel *Mass by Highest Intensity* contiene una lista de los iones de más alta intensidad en el tiempo de retención indicado.

Nota La sustracción de fondo actualiza los iones en el panel *Mass by Highest Intensity*.

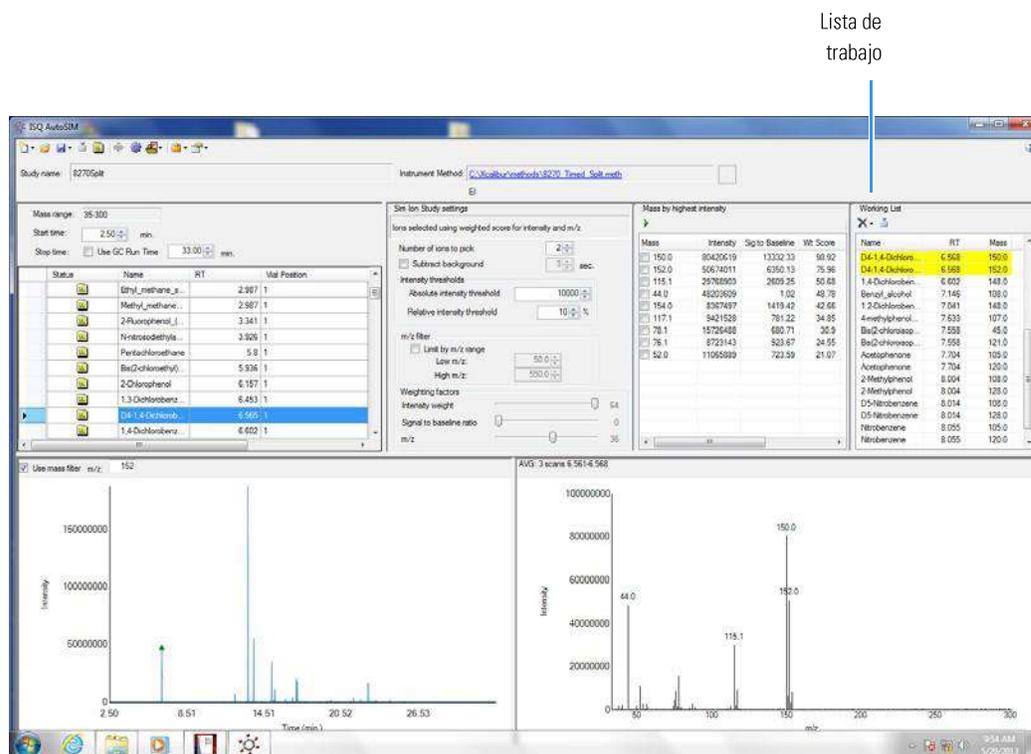
Figura 72. Resultados del estudio en AutoSIM



21. Seleccione la casilla contigua a los iones SIM que Vd. quiere enviar a la lista de trabajo.

22. Haga clic en el icono de la flecha verde para empujar los Iones SIM que Vd. seleccionó a la lista de trabajo. Vea la Figura 73.

Figura 73. Selección de los iones SIM

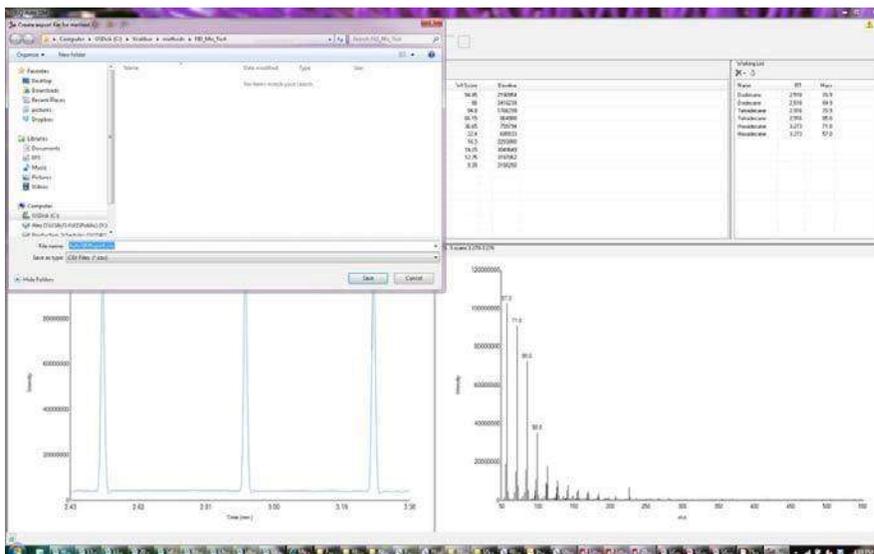


23. Repita este proceso para todos sus compuestos.

Nota Vd. puede elegir iones SIM seleccionándolos en la lista de masas o envíelos directamente a la lista de trabajo haciendo doble clic en el ion en la ventana de espectros.

24. Una vez que tiene seleccionados todos sus iones SIM, vaya a **File | Save As** y exporte su estudio de iones SIM como archivo.csv. Vea la [Figura 74](#).

Figura 74. Exportación de su estudio de iones SIM



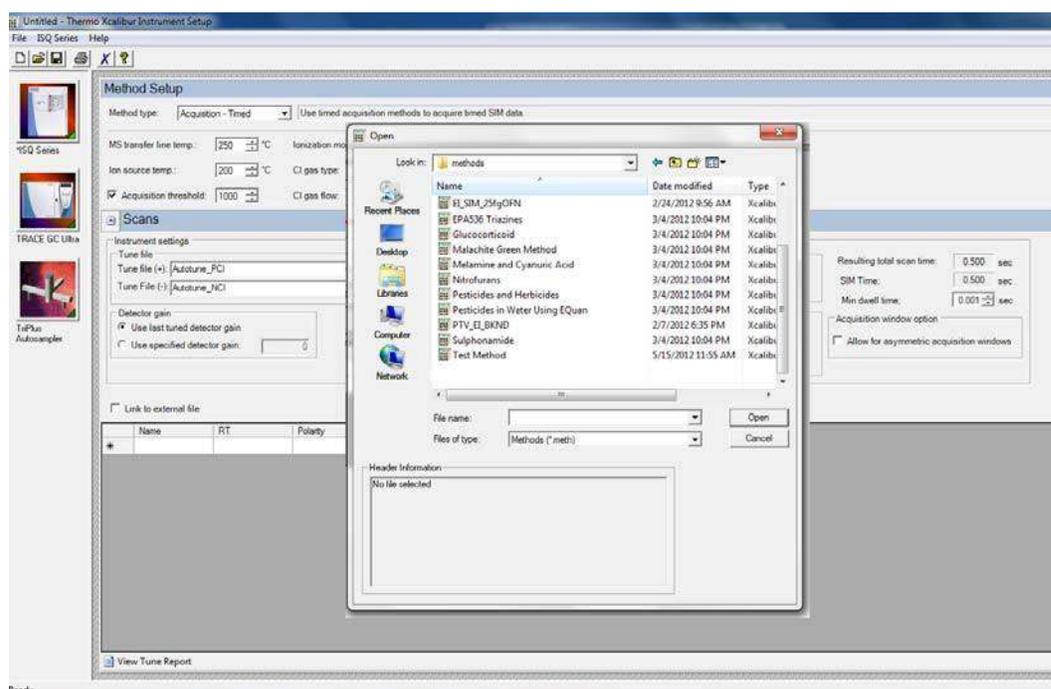
Importación de transiciones al editor de métodos

❖ Para importar la lista de transiciones que Vd. creó en AutoSIM

1. Abra el editor de métodos en el *ISQ Series Dashboard*.
2. Abra su método en Xcalibur. Vea la [Figura 75](#).

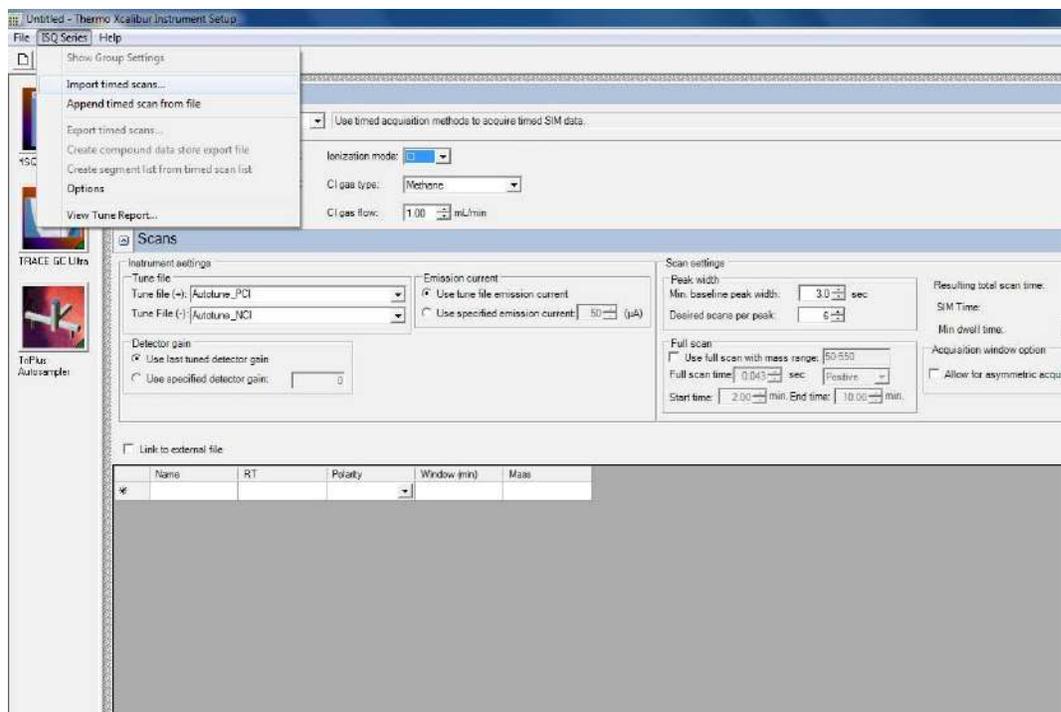
Nota Si Vd. tiene el método que le interesa abierto en AutoSIM, haga clic en el vínculo en el cuadro *Instrument Method* para abrir su método en el editor de métodos Serie ISQ.

Figura 75. Abriendo el método de instrumento en Xcalibur



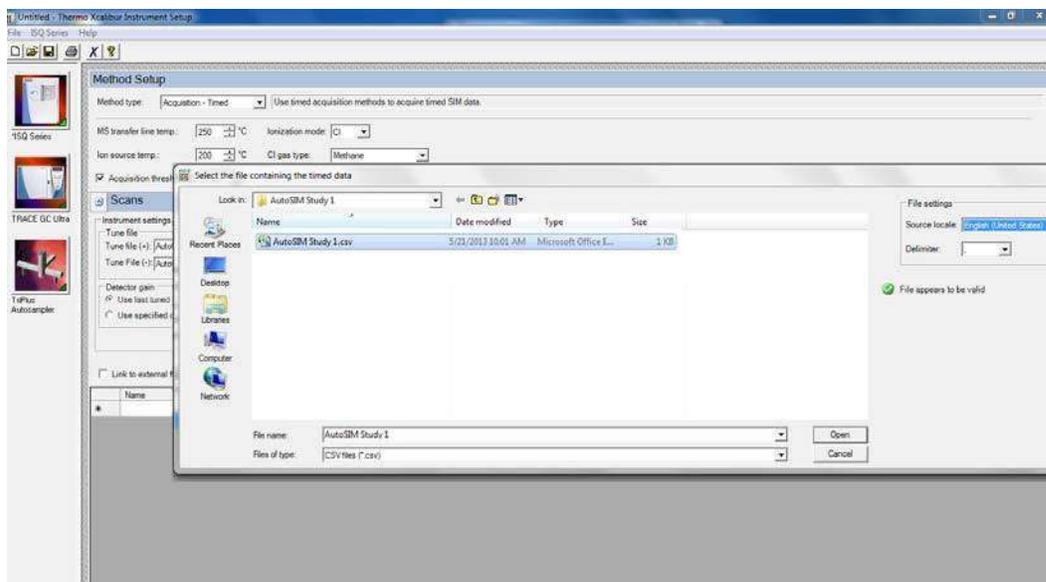
3. Haga clic en el icono Serie ISQ en el panel lateral del editor de métodos.
4. Seleccione *Acquisition-Timed* en el menú desplegable *Method Type*.
5. Del menú superior, seleccione *ISQ Series | Import Timed Scans*. Vea la [Figura 76](#).

Figura 76. Selección de un método de adquisición programada



6. Vaya a la carpeta en la que se salvó el archivo .csv que Vd. creó en AutoSIM. El software le informa si su archivo .csv es válido. Vea la [Figura 77](#).

Figura 77. Vínculo a un archivo .csv externo



7. Haga clic en **Show Analysis** y revise la lista de compuestos importada.

8. Ajuste sus preferencias de escaneo como Vd. requiera. Vea “[Creación de un método](#)” en la [página 37](#) para más información.

9. Una vez que Vd. esté satisfecho con su método, guárdelo.
10. Procese una serie de muestras para verificar que el método se ajusta a sus necesidades.

Ejecución de un análisis

Este capítulo describe cómo preparar una muestra y posteriormente ejecutar una secuencia.

Contenido

- Preparación de su muestra
- Ejecución de una secuencia

Preparación de su muestra

El fin primario de una preparación de muestra está en reducir la cantidad de contaminantes no deseados en la muestra o en incrementar la fiabilidad de la detección en la muestra. Por ello, Vd. debe preparar sus muestras de manera que se incremente la abundancia relativa de los compuestos que Vd. quiere analizar y disminuya la abundancia relativa de los compuestos en los que no está interesado. Siga el procedimiento estándar de uso (SOP) de su laboratorio en su método particular de preparación de muestras.

Se usan diferentes disolventes para disolver diferentes compuestos. Asegúrese de elegir un disolvente que sea capaz de disolver los compuestos que Vd. quiere analizar. El disolvente deberá ser compatible con la fase estacionaria de su Columna GC cuando haga diluciones de la muestra.

Una vez preparada su muestra ha de ser transferida a un vial sellado, de modo que pueda ser después inyectada al GC. Es importante usar un vial sellado para evitar que se altere la concentración, que es lo que ocurre si el disolvente se evapora.

Ejecución de una secuencia

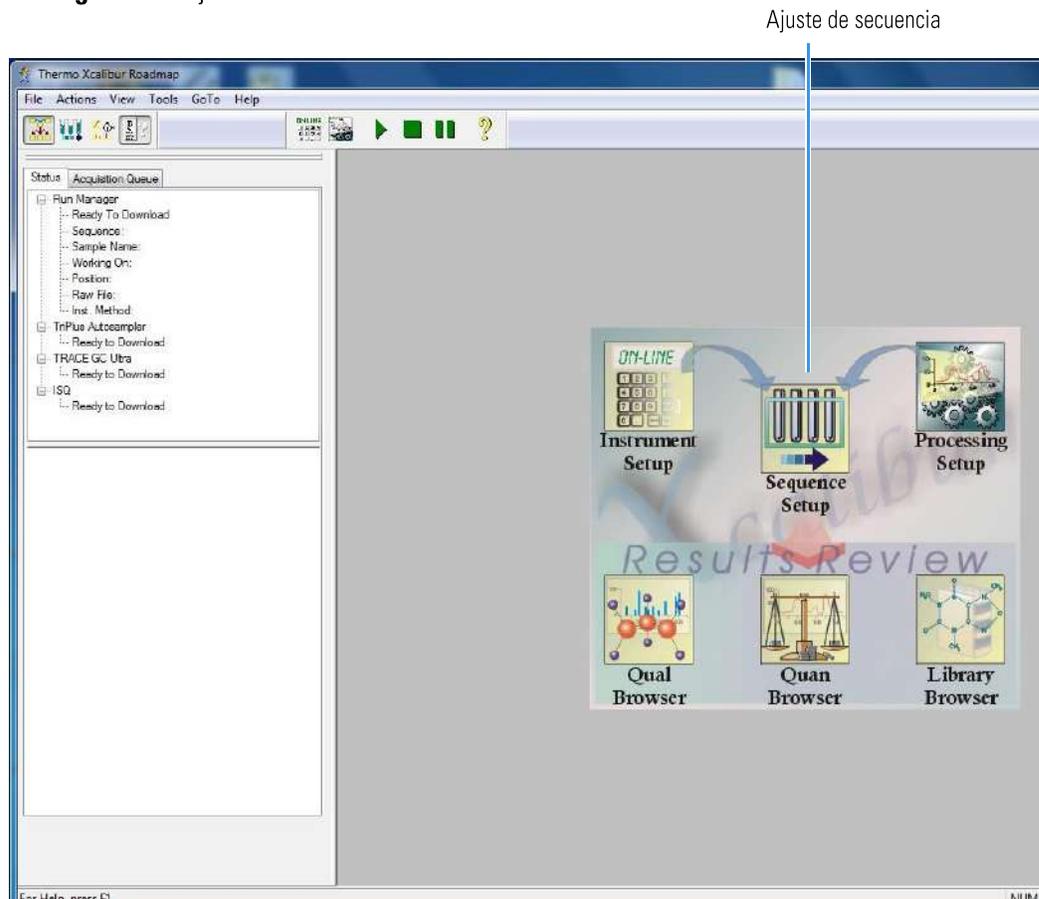
Una vez preparada su muestra, Vd. puede usar Xcalibur para procesarla. Xcalibur usa una secuencia (serie de tareas) para preparar los instrumentos para la adquisición de datos, así como monitorizar la inyección y recolección de datos del GC/MS.

Una secuencia puede ser usada para adquirir datos de una muestra o para preparar el sistema de cara a un mantenimiento.

❖ Para ejecutar una secuencia de muestras nueva

1. Haga doble clic en el icono del software Xcalibur en el escritorio de su ordenador.
2. En la ventana *Xcalibur Roadmap*, haga clic en el icono **Sequence Setup**.

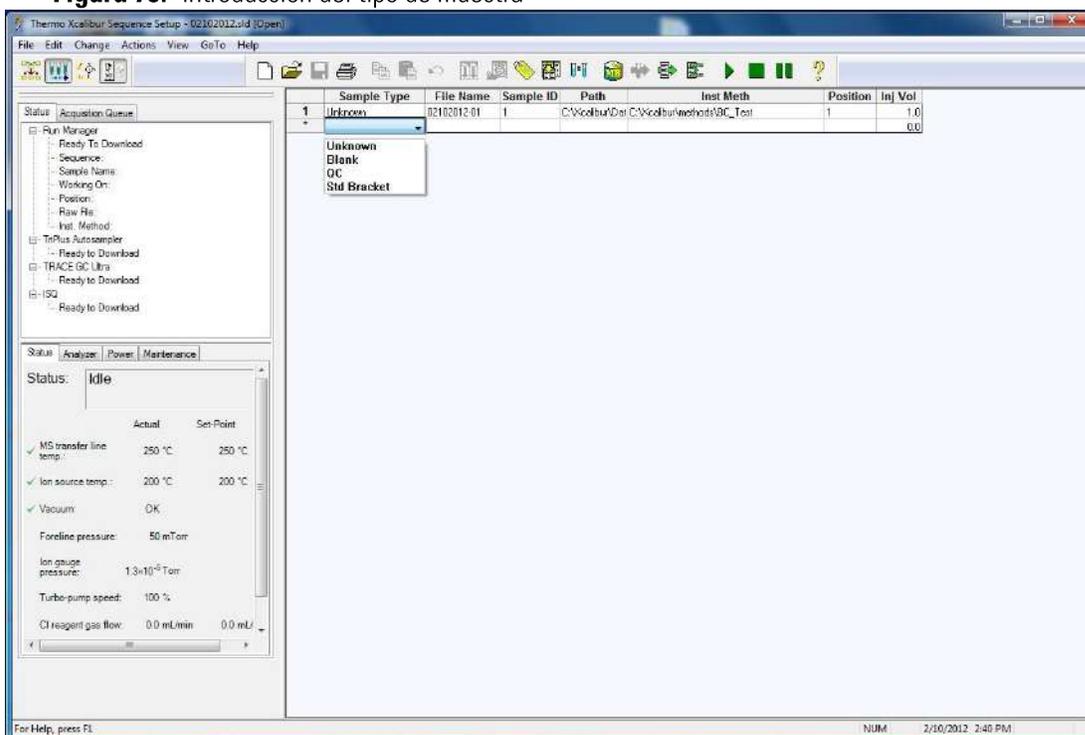
Figura 78. Ajuste de Secuencia en Xcalibur



- En la ventana **Sequence Setup**, haga clic en la primera fila de la columna **Sample Type** y seleccione un tipo de muestra del menú desplegable. Vd. debe seleccionar *Unknown* (desconocido) cuando esté desarrollando un método analítico. Los otros tipos de muestras requieren un método de cuantificación.

Nota Para abrir una secuencia ya existente, Vd. puede seleccionar **File | Open** del menú principal o hacer clic en el icono  y busque una secuencia.

Figura 79. Introducción del tipo de muestra



Una vez seleccionado el tipo de muestra, automáticamente aparece la información por defecto en algunas de las otras columnas. Vd. puede también hacer clic derecho en el campo para borrar, copiar o pegar en él, así como añadir y eliminar filas.

Nota Si Vd. no tiene alguna de las columnas tratadas aquí, puede añadirlas seleccionando **Change | Column Arrangement** en el menú principal.

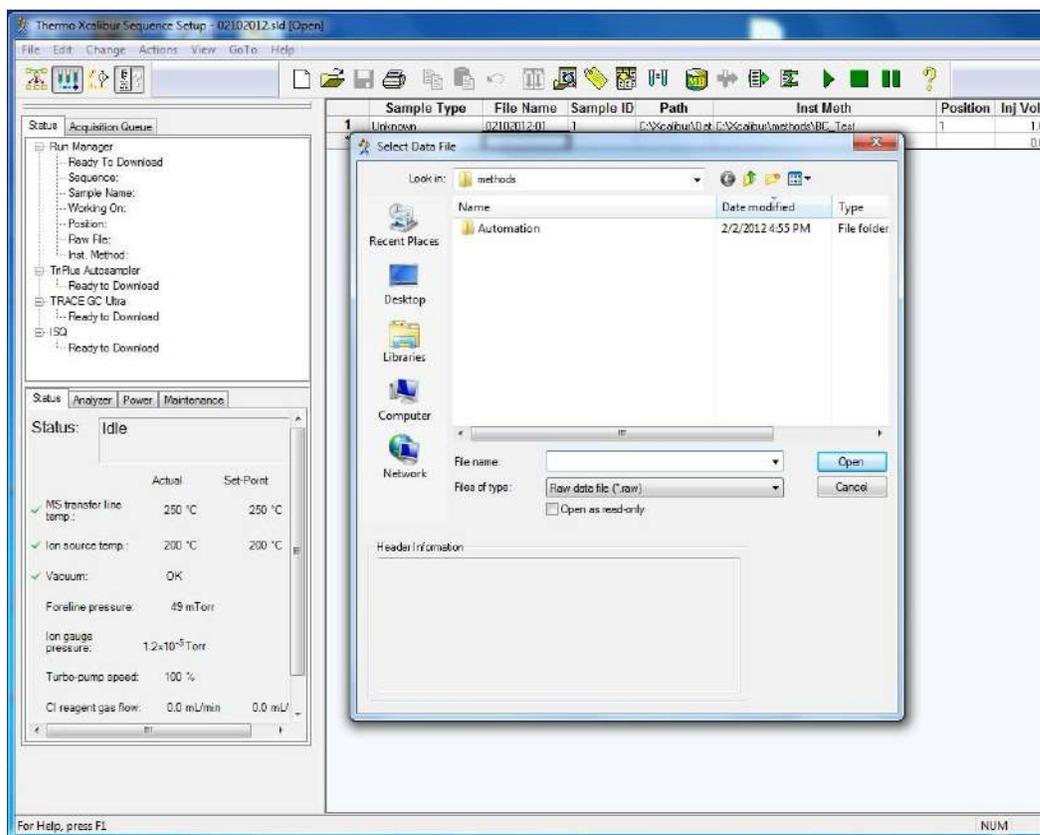
6 Ejecución de un muestreo

Ejecución de una secuencia

- Haga clic en la primera fila de la columna **File Name** e introduzca un nombre de archivo para su primer archivo de datos. Si Vd. hace doble clic en el campo, puede navegar hasta un archivo de datos primario en su ordenador. Puede también hacer clic derecho en el campo para borrar, copiar o pegar en el campo, navegar hasta un archivo de datos primario, o añadir y eliminar filas.

Nota Su nombre de archivo no puede contener espacios.

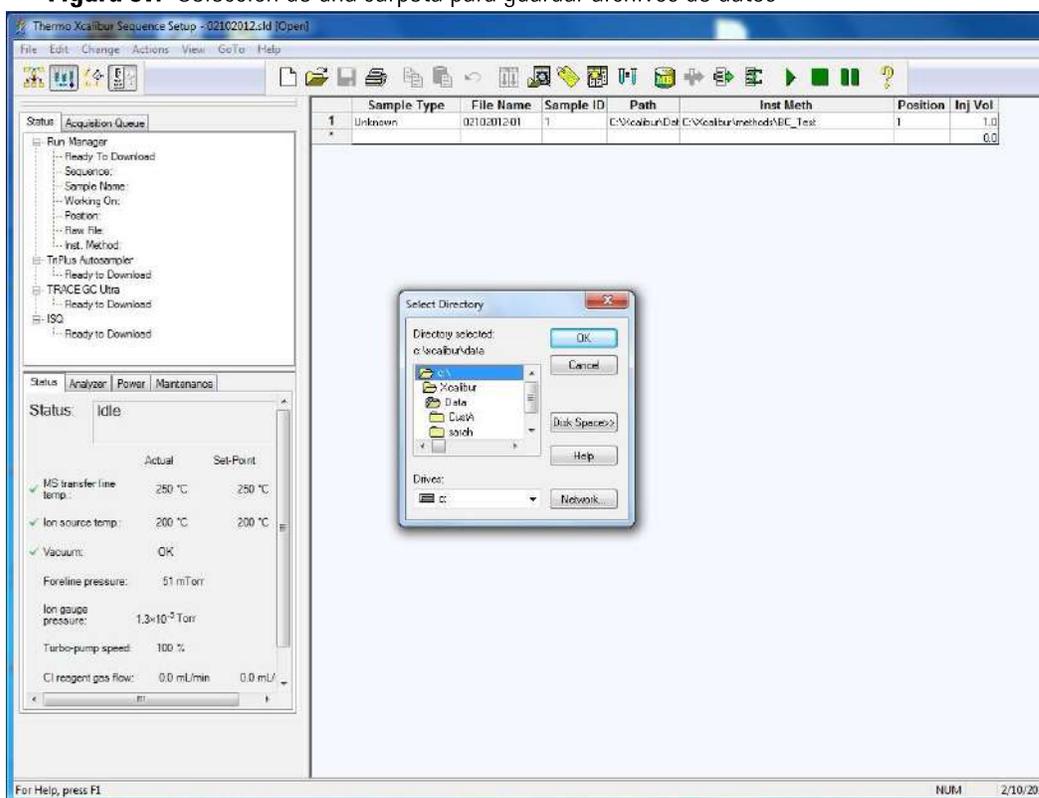
Figura 80. Nombrar un archivo



Consejo Vd. puede hacer doble clic en el campo **File Name** y navegar hasta un archivo de datos primario en su ordenador.

5. Haga clic después de la columna **Sample ID**, que normalmente contiene el número de la muestra. Ya que Vd. está en el proceso de desarrollar su método, Vd. no tiene aún muchas muestras, por lo que no tiene que introducir nada en este campo. Vd. puede también hacer clic derecho en el campo para borrar, copiar o pegar un número, así como para añadir y eliminar filas.
6. Haga doble clic en la primera fila en la columna **Path** y seleccione la carpeta en la que guardar sus archivos de datos. Vd. puede también hacer clic derecho en el campo para borrar, copiar o pegar en él, navegar a una carpeta en su ordenador, o añadir y eliminar filas.

Figura 81. Selección de una carpeta para guardar archivos de datos

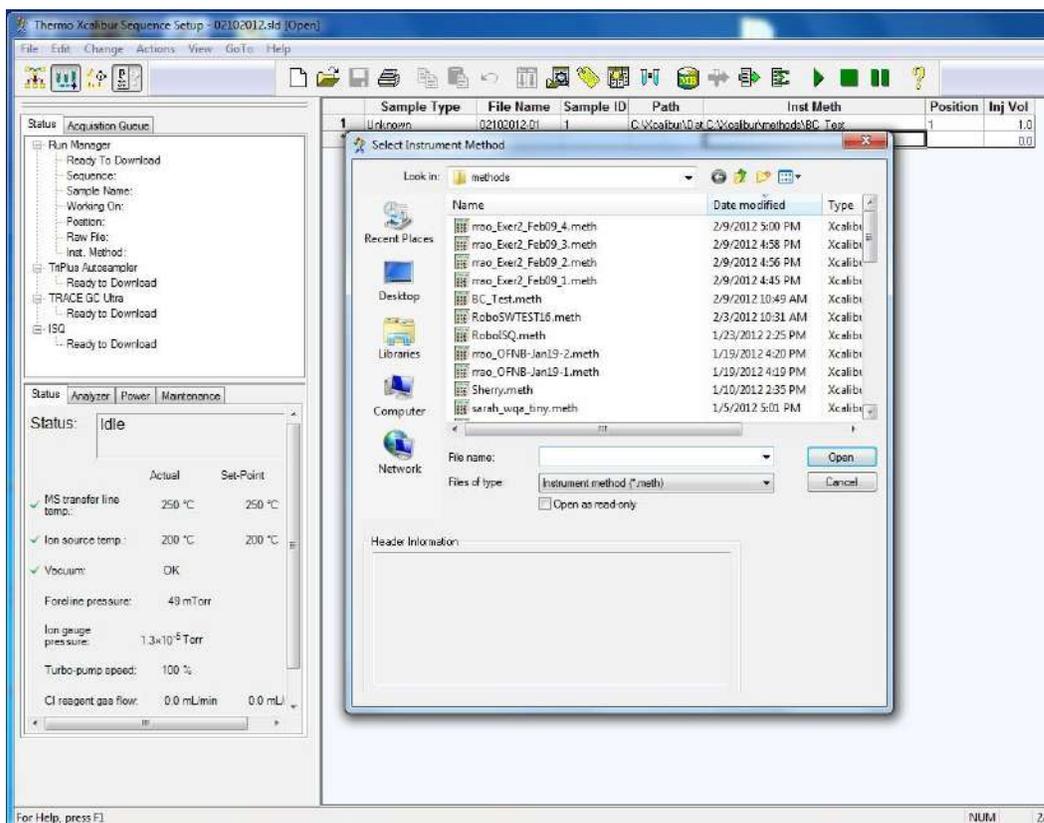


6 Ejecución de un muestreo

Ejecución de una secuencia

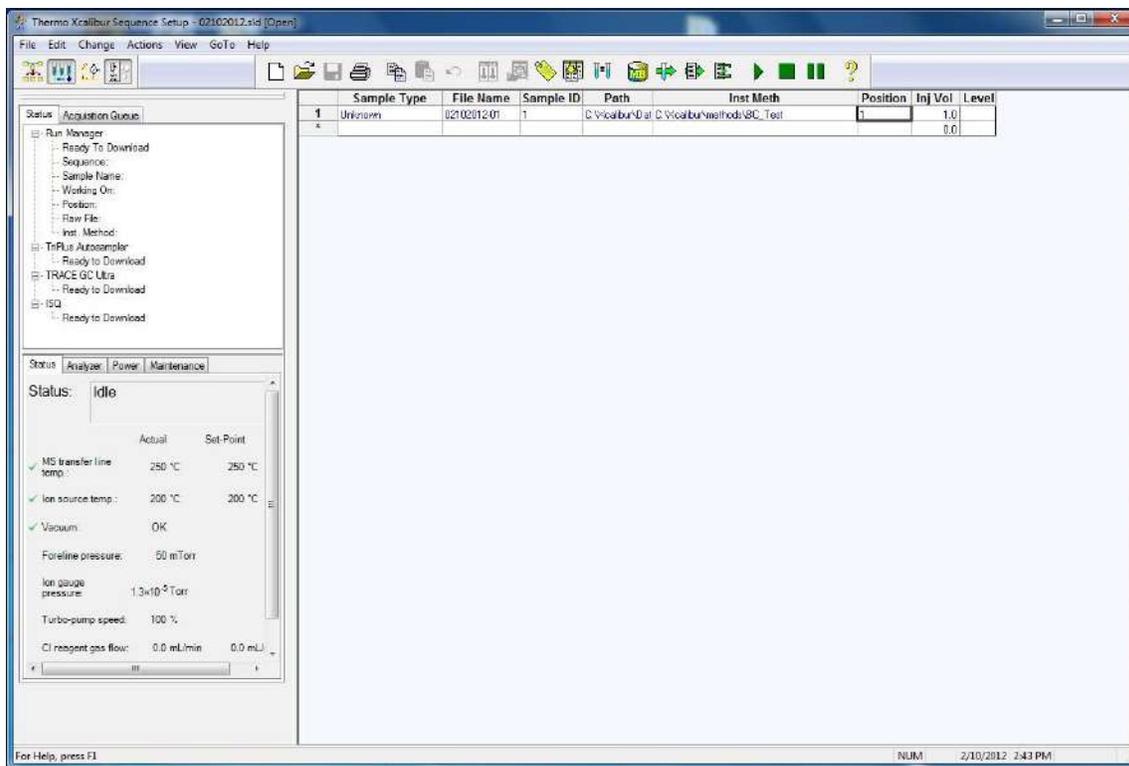
- Haga doble clic en la primera fila de la columna **Instrument Method** y navegue a la carpeta que contiene el método de su instrumento. Seleccione el método de instrumento y haga clic en el botón **Open**. Puede también hacer clic derecho en el campo para borrar, copiar o pegar en el campo, navegar a una carpeta en su ordenador, o añadir y eliminar filas.

Figura 82. Abrir una carpeta *Instrument Method*



- Haga clic después de la columna **Processing Method**, que normalmente contiene la ruta a su método de proceso. Vd. está desarrollando su método y el método de proceso es creado después de que su método ha concluido.
- Haga clic en la primera fila en la columna **Position** e introduzca el número de vial de la muestra si está usando un muestreador automático. Puede también hacer clic derecho en el campo para borrar, copiar o pegar en él, así como para añadir y eliminar filas.

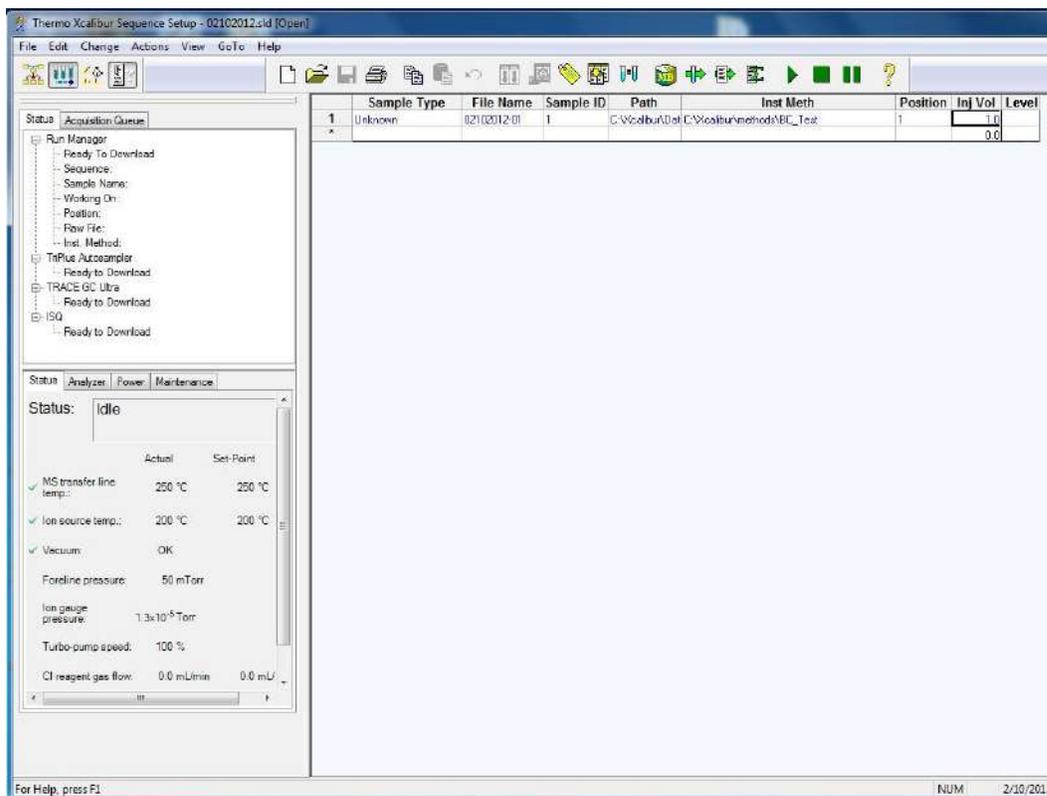
Figura 83. Introducción de la posición del vial con la muestra



6 Ejecución de un muestreo

Ejecución de una secuencia

Figura 84. Ajuste del volumen de inyección

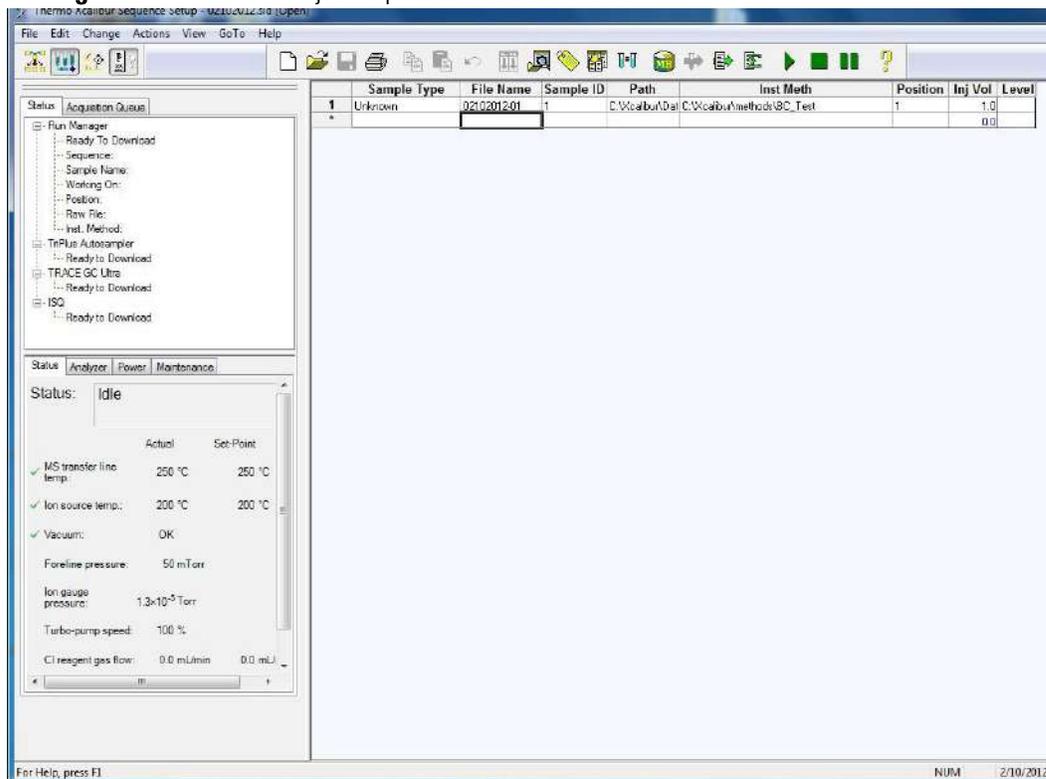


The screenshot shows the Thermo Xcalibur Sequence Setup interface. On the left, there is a 'Status' panel with 'Acquisition Queue' and 'Analyzer' tabs. The 'Analyzer' tab shows the status as 'Idle' and various parameters like MS transfer line temp., Ion source temp., Vacuum, Foreline pressure, Ion gauge pressure, Turbo-pump speed, and Cl reagent gas flow. The main window displays a table with the following data:

	Sample Type	File Name	Sample ID	Path	Inst Meth	Position	Inj Vol	Level
1	Unknown	02102012-01	1	C:\Xcalibur\01\ C:\Xcalibur\method\ABC_Test		1	1.0	0.0

11. Haga clic después de la columna **Level**, que es usada solamente cuando tiene un método de proceso. Ya que está en el proceso de desarrollar su método, no tiene un método de proceso definido aún.
12. Ahora que ya ha ajustado una fila de su secuencia, Vd. puede parar o seguir añadiendo tareas. Haga clic en la fila siguiente y repita los pasos 2-10 para cada tarea adicional en su secuencia. Recuerde que puede hacer clic derecho en la mayoría de campos para añadir más filas según va avanzando.

Figura 85. Añadiendo ajustes para tareas adicionales

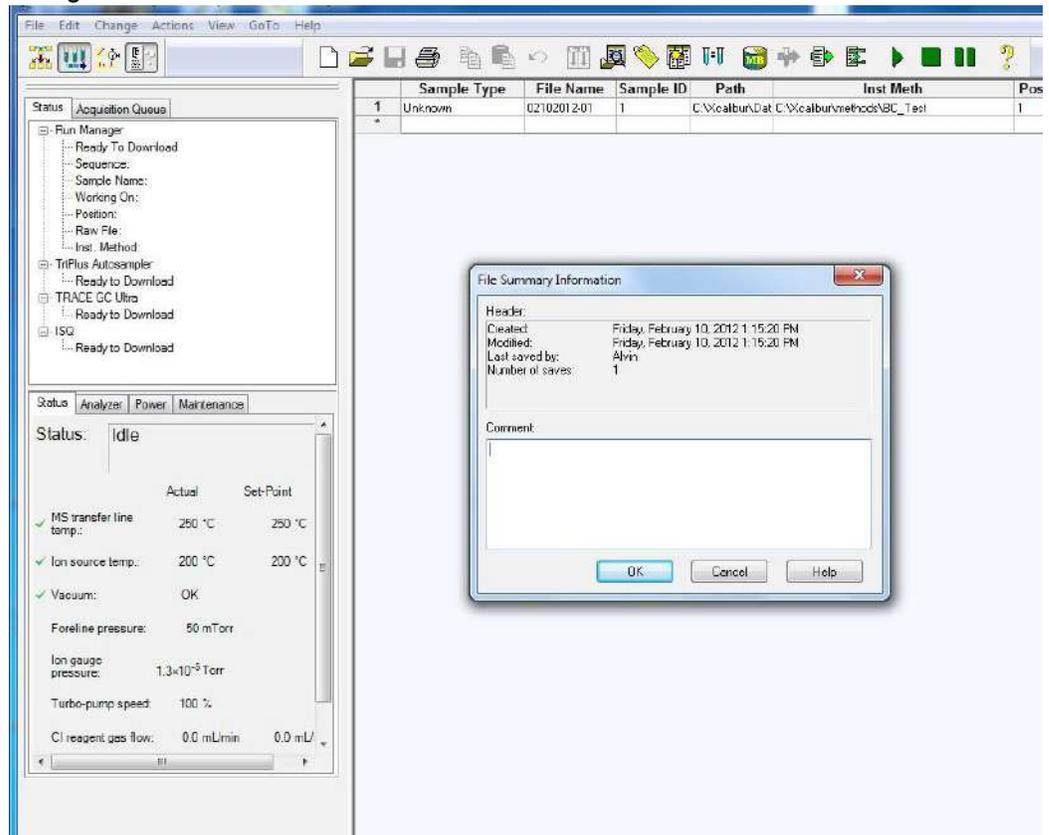


- Una vez que ha terminado de crear una secuencia de todas su muestras, seleccione **File** | **Save** o haga clic en el icono  para guardar la secuencia.
- Introduzca un comentario y haga clic en **OK**.

6 Ejecución de un muestreo

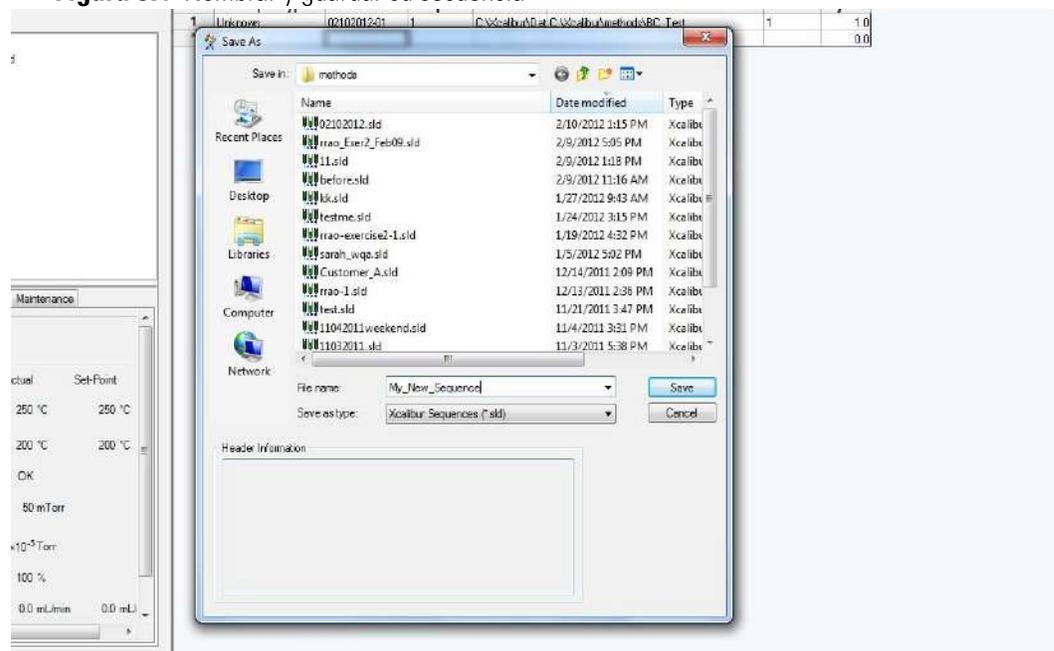
Ejecución de una secuencia

Figura 86. Introducción de un comentario sobre Su Secuencia



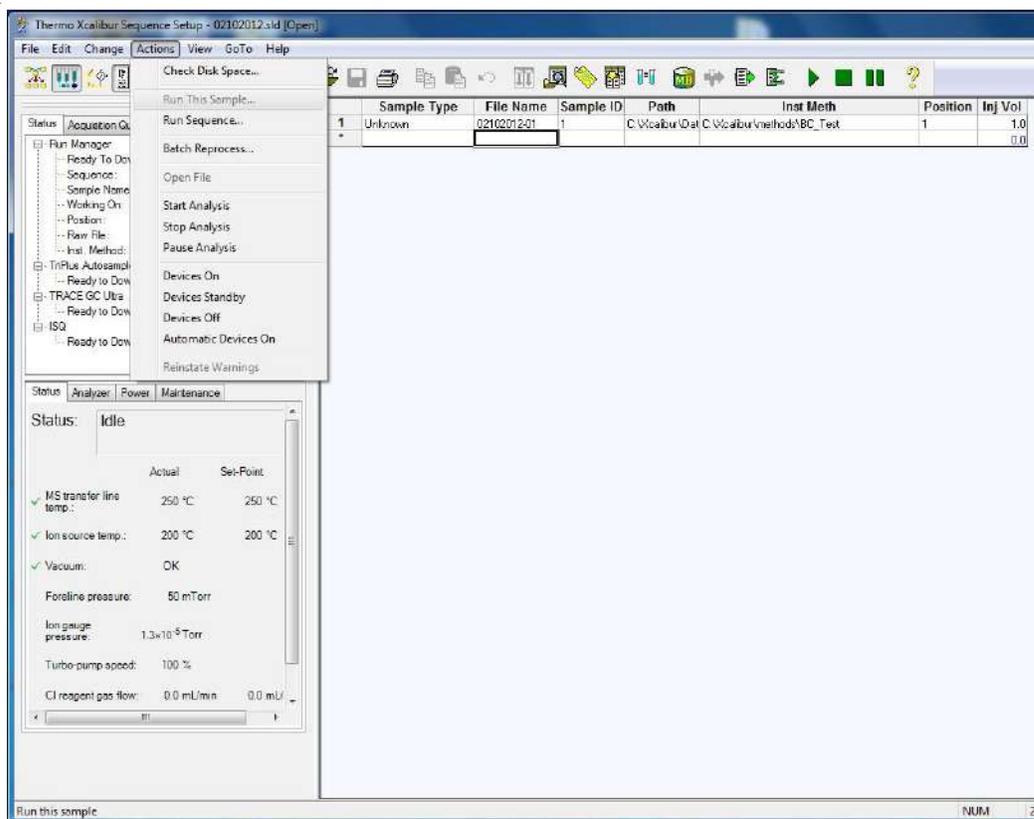
15. Introduzca el nombre de su secuencia y haga clic en el botón Save.

Figura 87. Nombrar y guardar su secuencia



16. Haga clic en la fila que quiere ejecutar y seleccione **Actions | Run This Sample** del menú principal. Vd. puede también hacer clic en el icono  en la barra de herramientas principal.

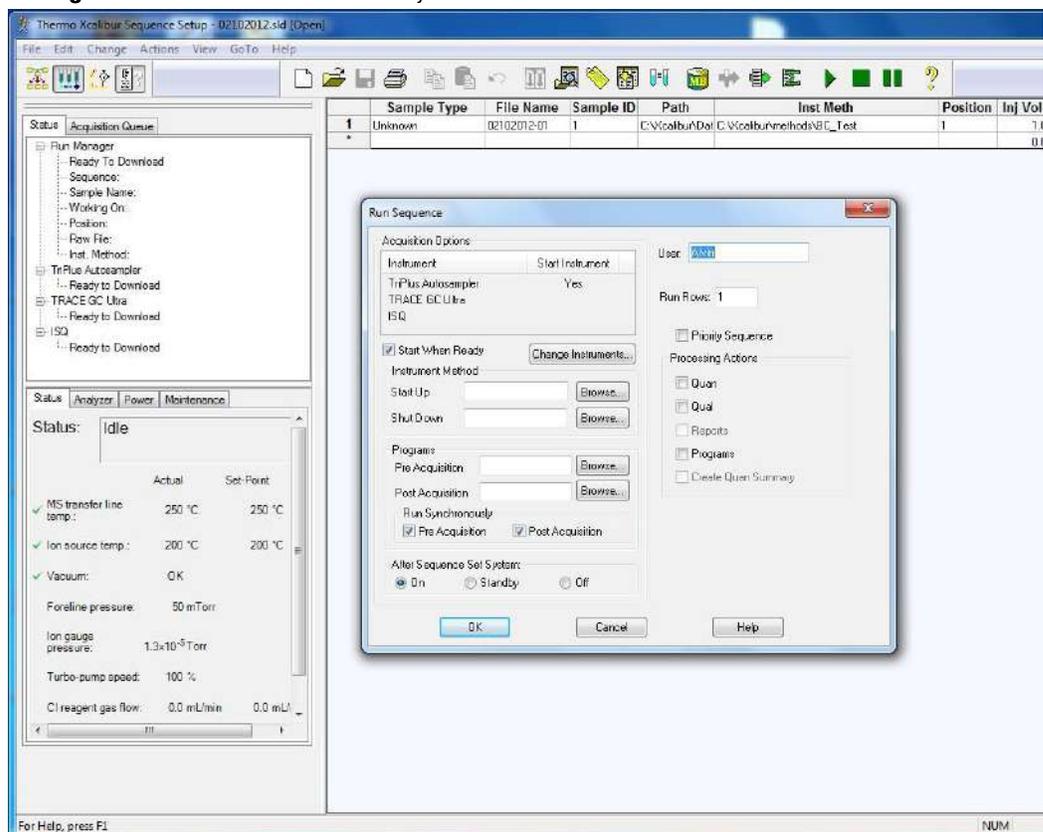
Figura 88. Selección de una fila de muestras a ejecutar



Para ejecutar la secuencia completa, seleccione **Actions | Run Sequence** del menú principal. Vd. puede también hacer clic en el icono  en la barra de herramientas principal.

17. En la ventana **Run Sequence**, decida de qué manera quiere que su secuencia se ejecute.

Figura 89. Personalización de la ejecución de una secuencia



- a. Seleccione la casilla **Start When Ready** para ejecutar la secuencia cuando los instrumentos estén listos.
- b. Haga clic en el botón **Change Instruments** y use las columnas **In Use** y **Start Instrument** para definir los instrumentos que están siendo usados y el instrumento que definirá el inicio de la secuencia. Después, haga clic en el botón **OK**.

Nota Si Vd. está realizando una inyección manual, deseleccione el muestreador automático en las columnas **Start Instrument** e **In Use**. Una vez hecha la inyección, apriete el botón *Start* en el GC.

Nota Incluso si el muestreador automático o GC no están siendo usados, pueden impedir que inicie la secuencia si no están listos. Si el muestreador automático o el GC no están encendidos o preparados, retire su controlador de dispositivo de la configuración del instrumento antes de iniciar una secuencia que no vaya a usar el dispositivo.

- c. En el grupo **Instrument Method**, Vd. puede navegar a la secuencia que debe usarse cuando el instrumento se inicie o apague.
- d. En el grupo **Programs**, Vd. puede navegar a los ejecutables para **Pre-Acquisition** y **Post-Acquisition**. Estos campos son usados para ejecutar métodos de proceso automáticamente una vez que la adquisición de datos haya terminado. Ya que está en el proceso de desarrollar su método, no tiene un método de proceso definido aún para este campo.

- e. Configure el grupo **Run Synchronously** (Sincronización del proceso):
- **Pre-Acquisition**—Seleccione esta opción para procesar el ejecutable antes de adquirir datos o deselectionela para procesar el ejecutable en paralelo a la adquisición de datos.
 - **Post-Acquisition**— Seleccione esta opción para procesar el ejecutable después de adquirir datos o deselectionela para procesar el ejecutable en paralelo a la adquisición de datos.
- f. Configure el grupo **After Sequence Set System** (Ajuste del sistema tras la adquisición):
- **On**—Seleccione esta opción para dejar el instrumento totalmente listo tras una adquisición.
 - **Standby**—Seleccione esta opción para dejar el instrumento totalmente listo tras una adquisición.
 - **Off**—Seleccione esta opción para apagar el espectrómetro de masas Serie ISQ desconectando calentadores, bomba turbo y la bomba previa (*foreline pump*).

IMPORTANTE Si Vd. está usando hidrógeno como gas portador, desconecte manualmente el GC al finalizar la secuencia si Vd. está usando este ajuste.

- g. En el campo **User** puede cambiar su nombre de usuario. El nombre de usuario es por defecto el usado para abrir sesión en el ordenador.
- h. En el campo **Run Rows**, introduzca las filas a ser procesadas en la secuencia. Los valores deben estar separados por guiones.
- i. Seleccione la casilla **Priority Sequence** si su secuencia es prioritaria sobre alguna otra secuencia. Si las secuencias de otros usuarios se están ejecutando en segundo plano, este ajuste pone su secuencia por delante de ellas.
- j. En el grupo **Processing Actions**, seleccione **Quan**, **Qual**, **Reports**, **Programs** o **Create Quan Summary**. Ya que está desarrollando su método, puede obviar este ajuste.

Nota La casilla **Reports** solamente se posibilita cuando Vd. selecciona la casilla **Qual**. Las casillas **Reports** y **Create Quan Summary** solamente se posibilitan cuando Vd. selecciona la casilla **Quan**.

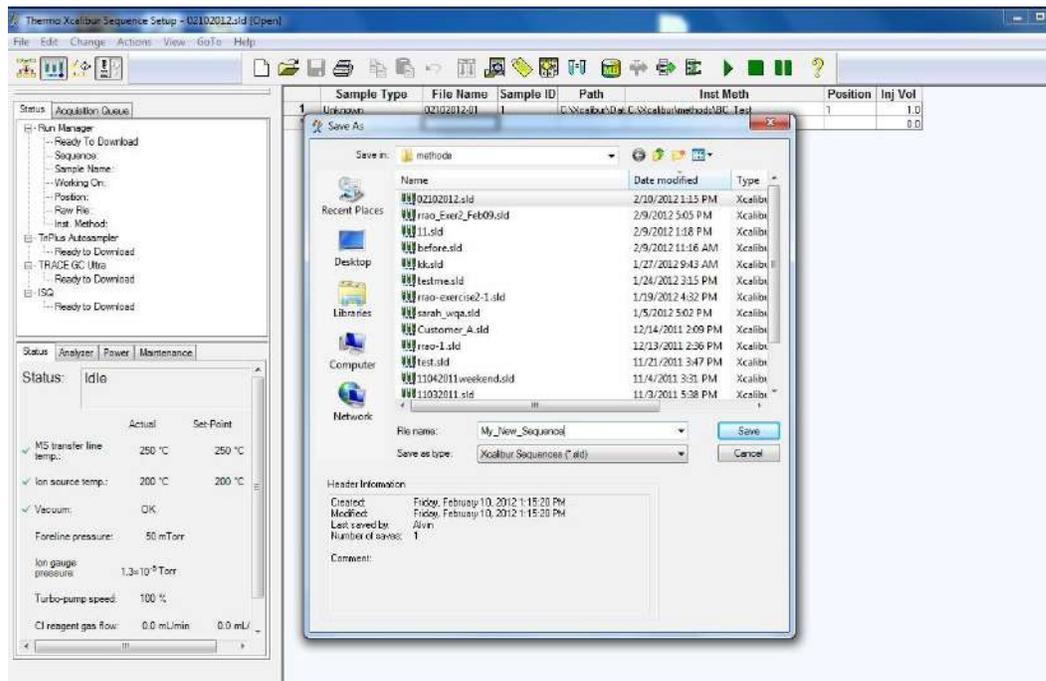
18. Haga clic en **OK** para ejecutar la muestra o secuencia, y guarde sus datos en el ordenador.

6 Ejecución de un muestreo

Ejecución de una secuencia

19. En la ventana **Save As**, seleccione el destino en su ordenador en el que quiere guardar su secuencia. Después haga clic en el botón **Save**.

Figura 90. Guardando una secuencia en el ordenador



20. Una vez que termina su secuencia, Vd. estará listo para explorar sus datos.

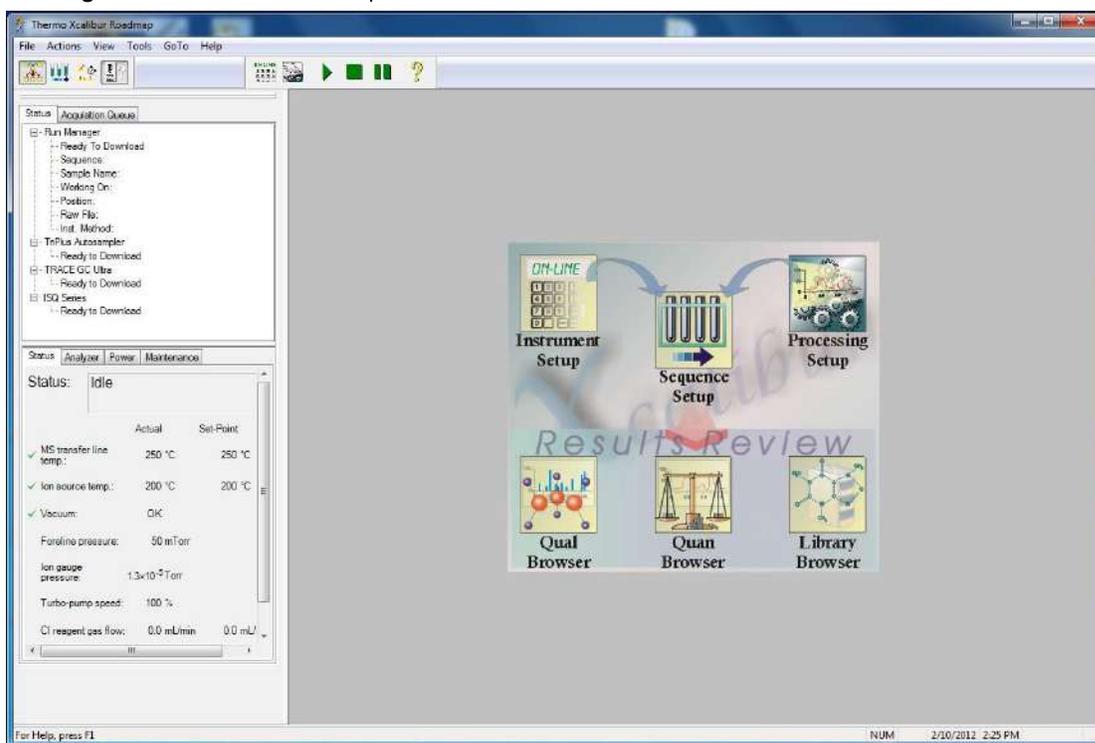
Exploración de sus datos

Después de adquiridos sus datos, Vd. debe observarlos para asegurarse de que los picos tienen una buena forma y de que el área del pico es tan grande como requiere. La utilidad *Qual Browser* de Xcalibur le permite observar cromatogramas y espectros de archivos primarios o de archivos procedentes de procesos cualitativos. Los datos en esta sección se refieren a una ejecución calificadora del instrumento llevada a cabo en fábrica. Esta misma ejecución, usando 1pg octafluoronaftaleno (OFN), fue también llevada a cabo por un Ingeniero de Servicio en su laboratorio. Otros compuestos tendrán diferentes iones y tiempos de retención.

Para ver sus datos en *Qual Browser*:

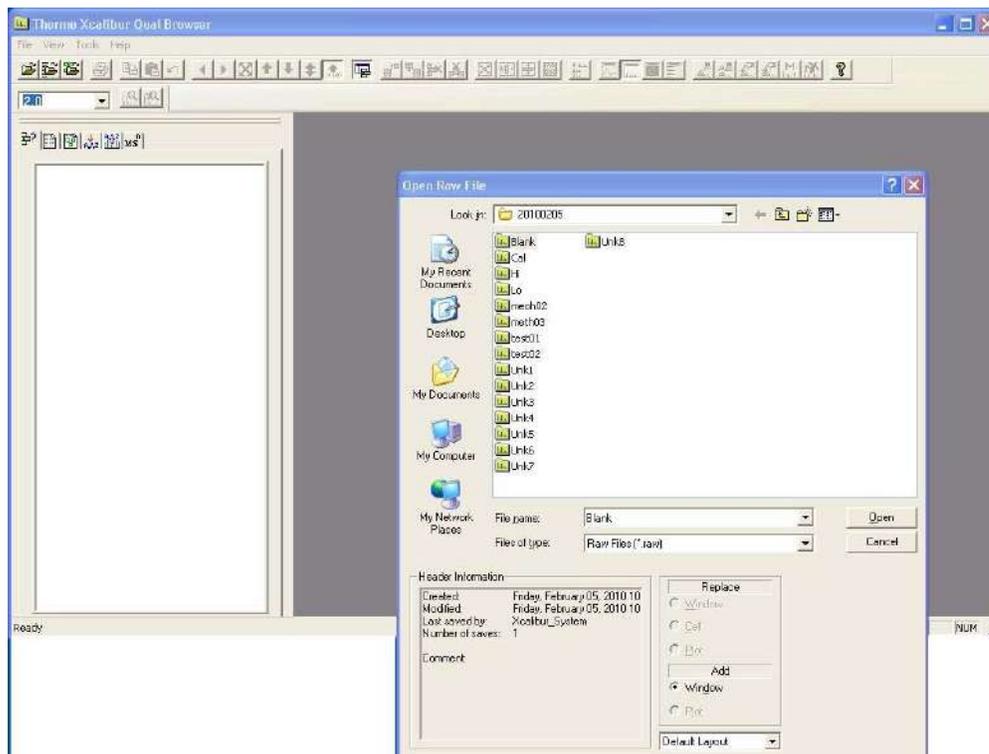
1. Haga doble clic en el icono del software Xcalibur en el escritorio de su ordenador.
2. En la ventana *Xcalibur Roadmap*, haga clic en el icono *Qual Browser*.

Figura 91. Xcalibur Roadmap



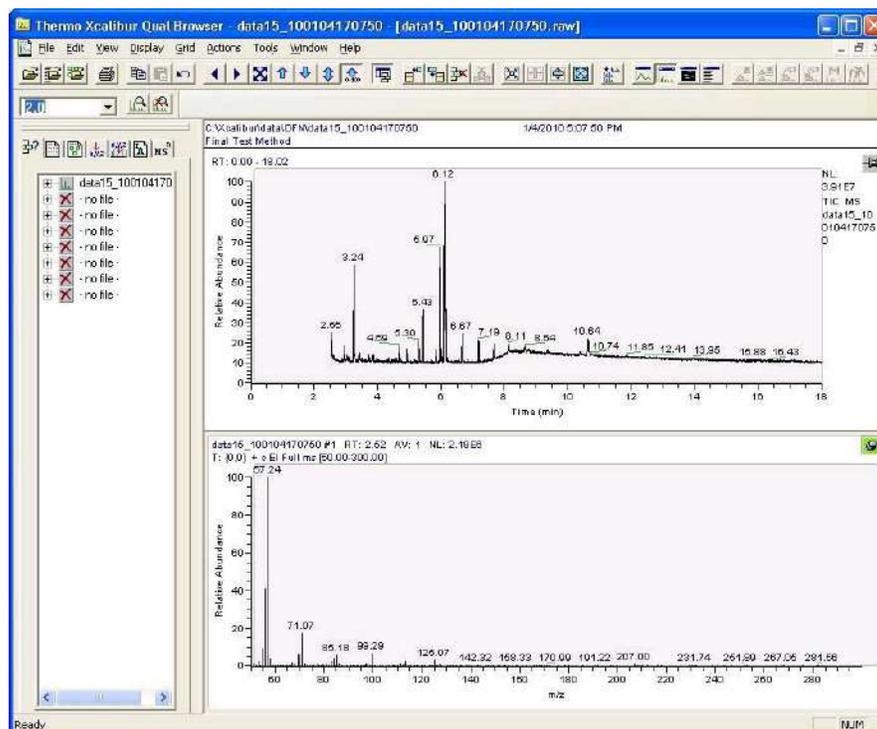
3. En la ventana *Qual Browser*, seleccione **File | Open** del menú principal o haga clic en el icono .
4. Seleccione el (los) archivo(s) *raw* (en bruto) que ejecutó en su secuencia y haga clic en **Open**.

Figura 92. Selección del archivo raw



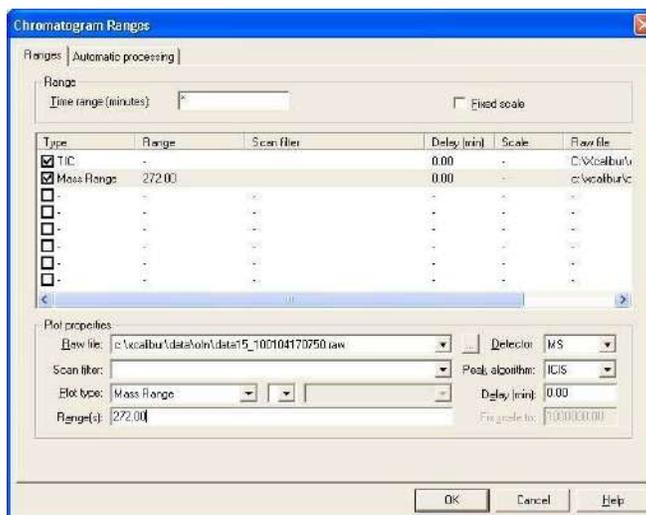
5. El cromatograma es mostrado en el panel superior de la ventana y los espectros en el panel inferior.

Figura 93. Vista del cromatograma



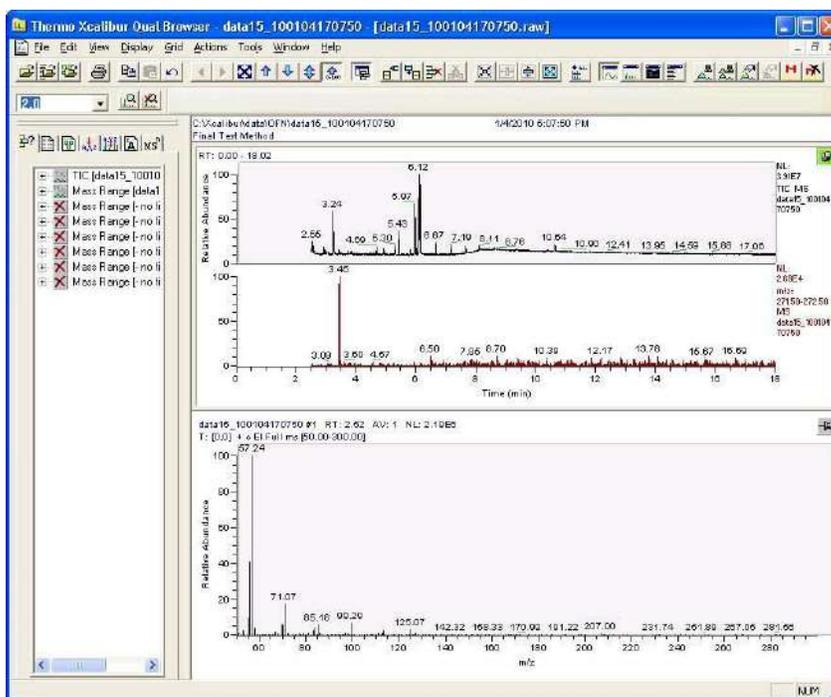
6. Haga clic derecho en la ventana anclada cromatograma y seleccione **Ranges** del menú desplegable.
7. Especifique múltiples sub-paneles en la ventana cromatograma. Para el OFN, que posee un ion dominante en m/z 272, seleccione un rango de masas que contenga solamente este ion. Al eliminar todas las masas no generadas por su compuesto, es mucho más fácil encontrar y cuantificar el área de pico GC.

Figura 94. Selección del rango de masas



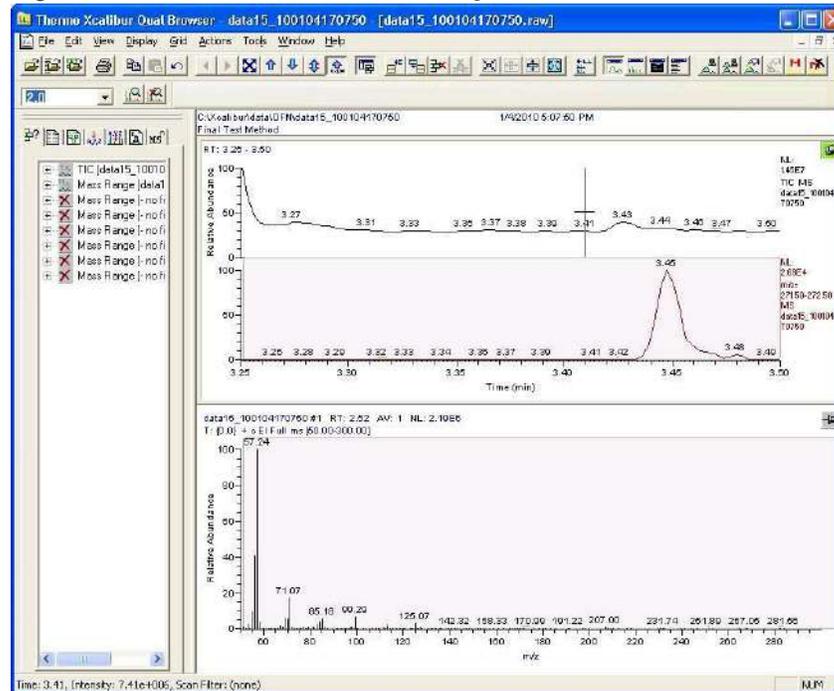
Con solamente el ion m/z 272 ion a la vista, parece que el OFN está alrededor de un tiempo de retención de 3.45 minutos.

Figura 95. Determinación de tiempos de retención



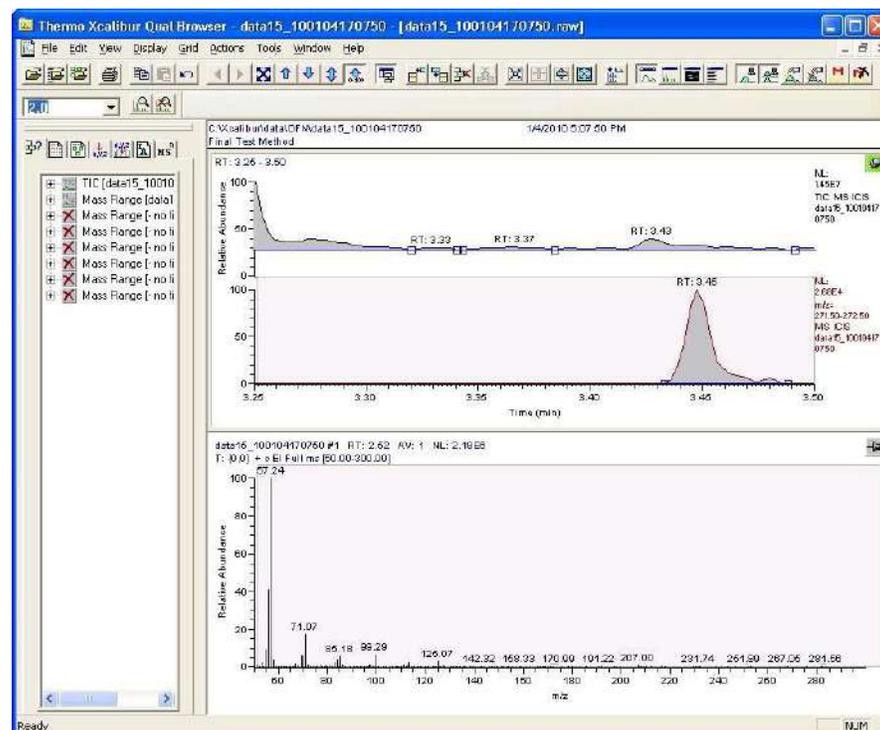
Para ver más a fondo sus datos, haga clic izquierdo en el pico para aumentarlo. Vd. puede también mantener su ratón apretado y arrastrarlo sobre el pico para aumentar la vista. Otra manera de aumentar es regresar a la pestaña **Ranges** y manualmente introducir el rango de tiempo a mostrar.

Figura 96. Introducir manualmente los rangos



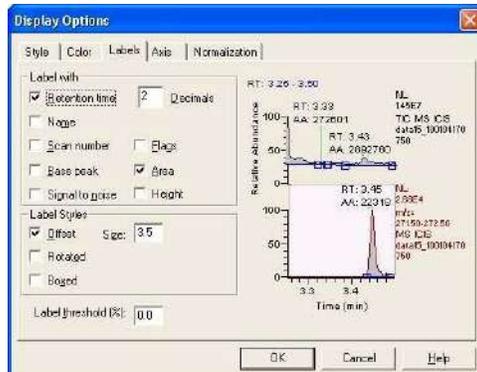
- Haga clic derecho en el panel Cromatograma y seleccione **Peak Detection | Toggle Detection in All Plots** para permitir al *Qual Browser* encontrar los picos y definir sus bordes.

Figura 97. Integración de picos en Qual Browser



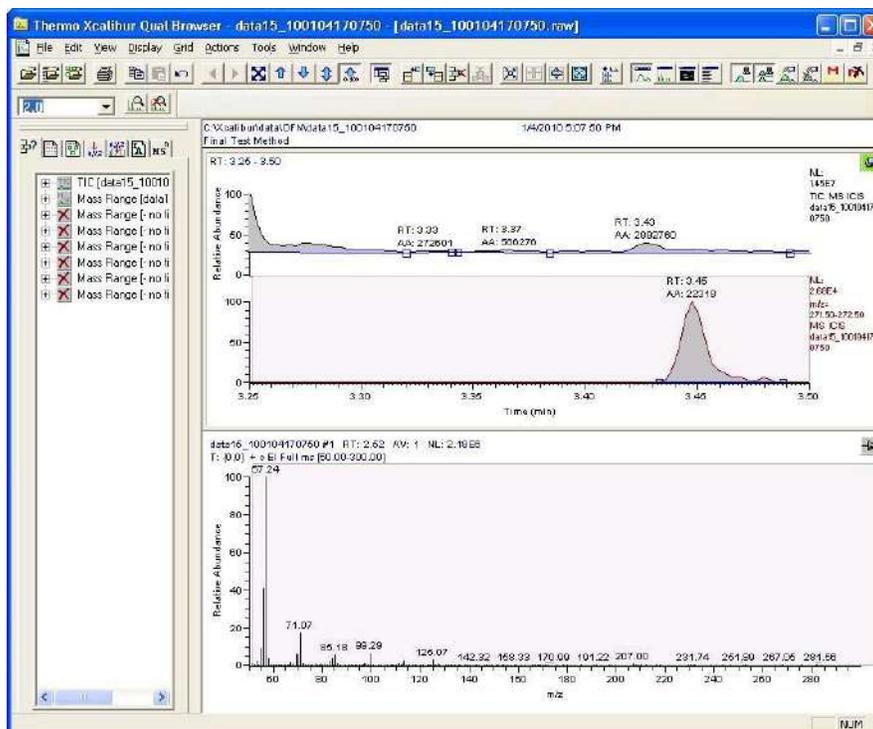
9. Haga clic derecho en el panel Cromatograma y seleccione **Display Options**.

Figura 98. Selección de opciones de vista



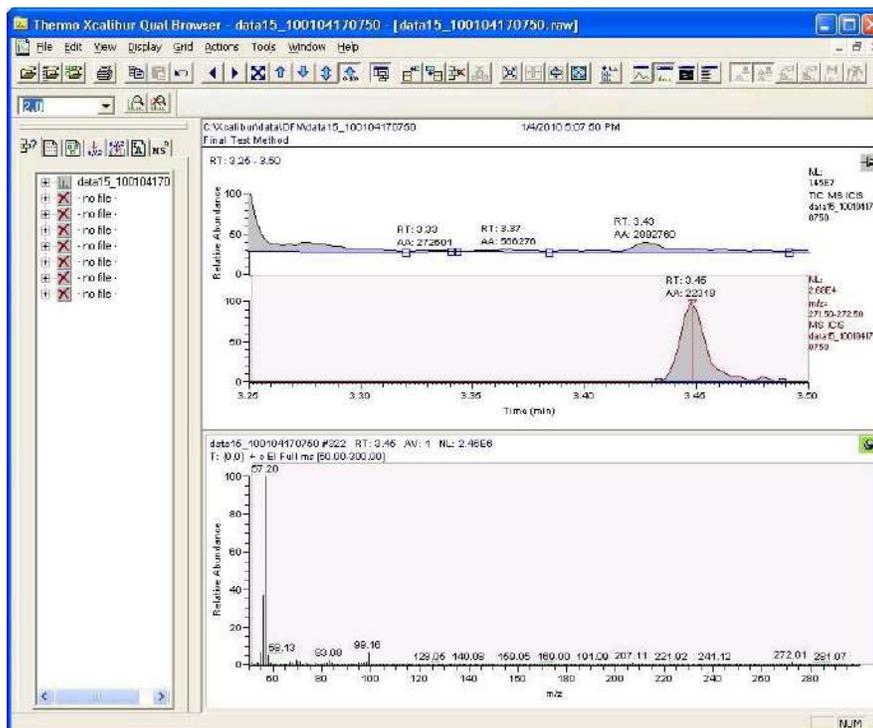
10. Haga clic en la pestaña **Labels** y seleccione **Retention Time and Area** en el grupo *Label With*.

Figura 99. Etiquetando la vista



11. Con la ventana MS anclada, haga clic en el pico para abrir el espectro de masas en el punto en que lo hizo.

Figura 100. Abriendo el espectro de masas



12. En este espectro, hay grandes picos en m/z 57 y 99. Estos son iones muy comunes en hidrocarburos. El pico OFN está cerca de m/z 272.

Figura 101. Ajuste del rango de espectro

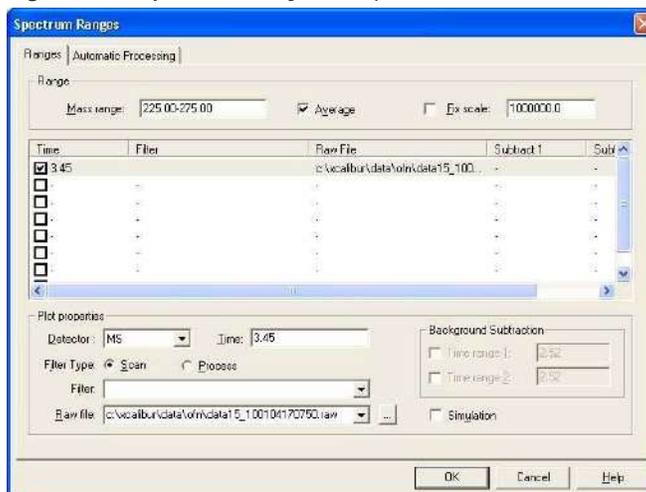
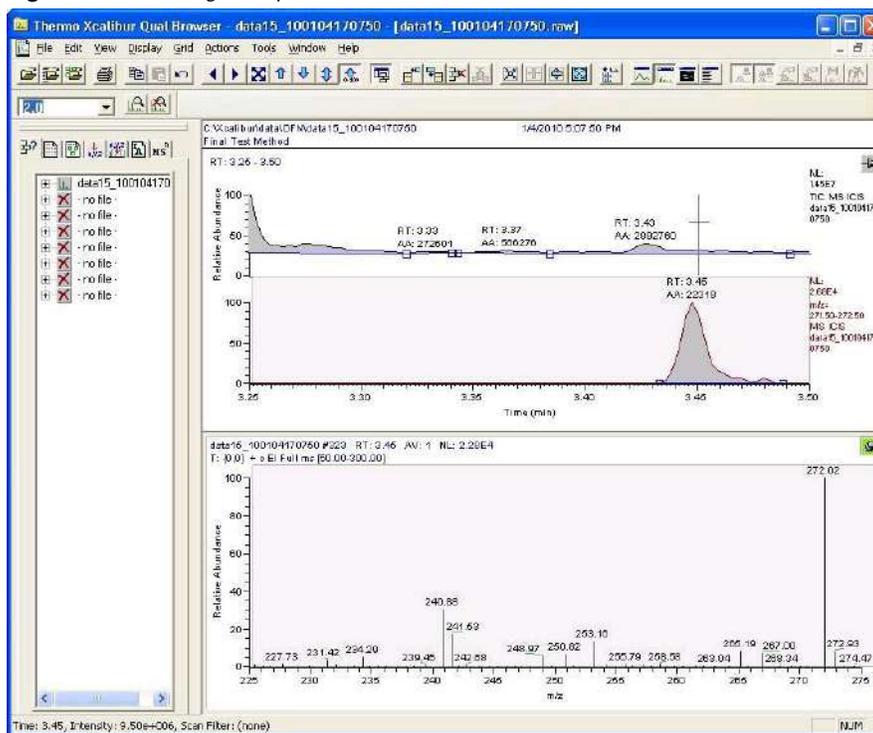


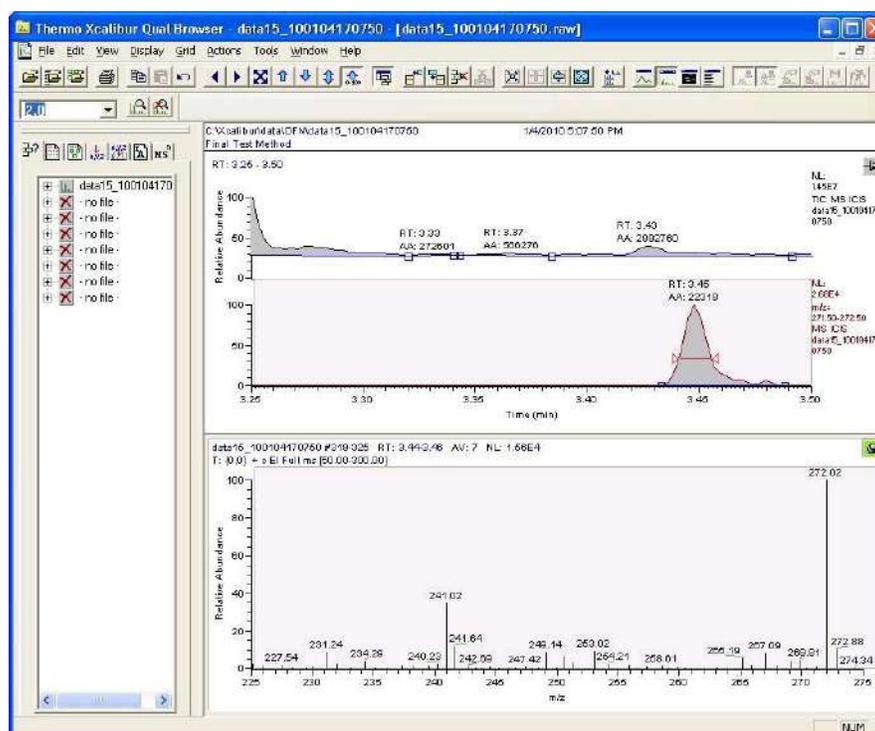
Figura 102. Hallazgo del pico OFN



13. Haga clic izquierdo en el pico GC y arrastre en línea sobre él para establecer una media de algunos puntos en el pico GC.

Nota Si la ventana cromatograma está anclada, esta acción aumentará la vista en el pico, pero si la que está anclada es la ventana de espectro de masas, esta acción resultará en una media del espectro.

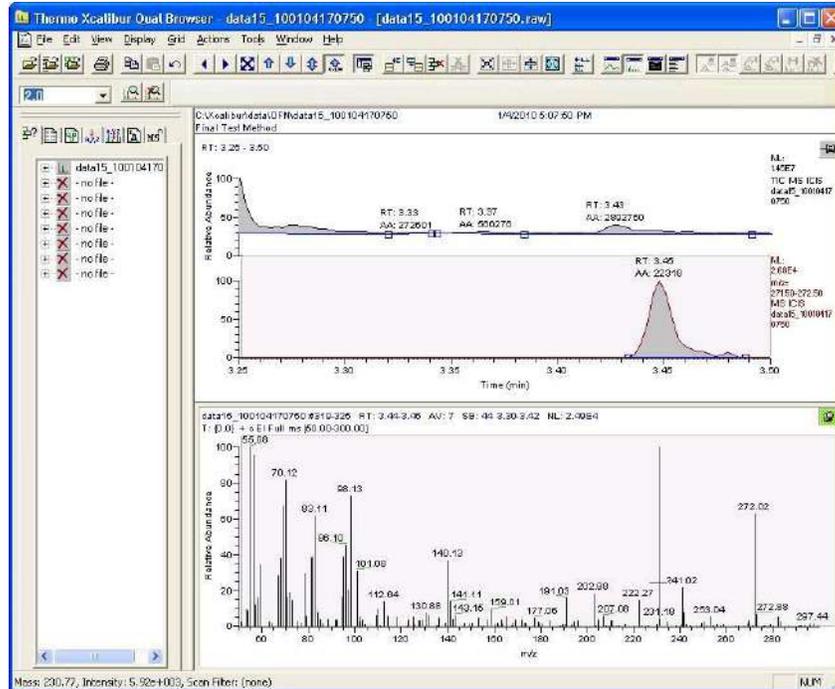
Figura 103. Hallando la media del espectro



Para realizar una sustracción de fondo y mejorar la búsqueda en la librería de espectros, haga clic derecho en el panel MS, seleccione *Subtract Spectra* y después sustraiga uno o dos rangos. Normalmente, se realiza una sustracción de un rango antes de la elución del pico. El rango a sustraer no debe contener parte alguna de su pico cromatográfico.

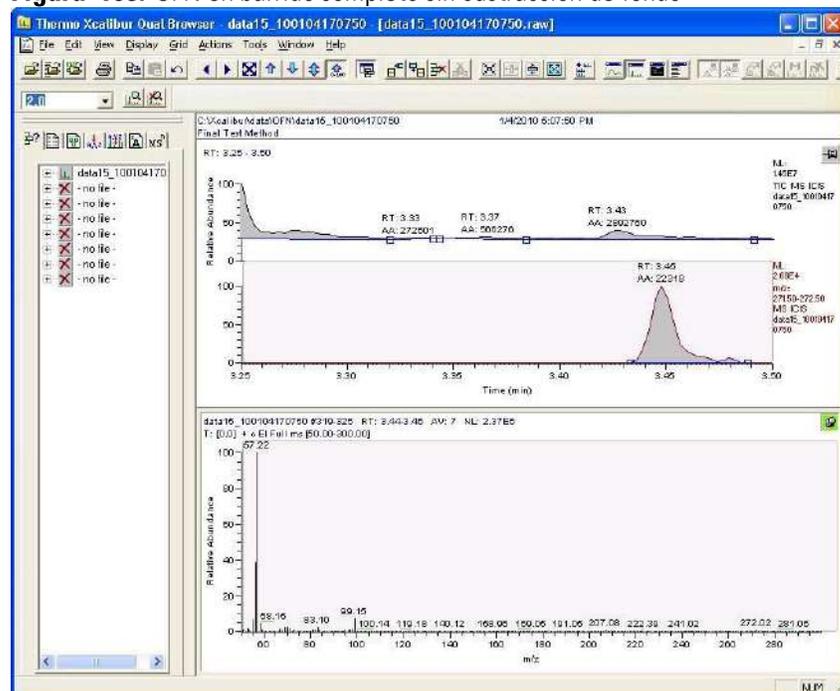
El barrido completo muestra los iones del OFN (en m/z 222, 241, y 272) con mucha más claridad que sin la sustracción de fondo.

Figura 104. OFN en barrido completo con sustracción de fondo



Sin sustracción de fondo, el barrido completo tendría el aspecto de la imagen a continuación.

Figura 105. OFN en barrido completo sin sustracción de fondo



14. Hay muchas otras maneras de cambiar la manera de mostrar sus datos en *Qual Browser*. Vea la ayuda en línea de *Qual Browser* para más detalles.

Optimización de su método

Si Vd. no llegó a obtener los resultados que esperaba de su método, use las sugerencias en este capítulo para modificarlo y obtener mejores resultados.

Contenido

- Cambio de la separación cromatográfica
- Búsqueda de la mejor manera de realizar una inyección
- Mejora de la manera de preparar muestras
- Cambio de la velocidad de escaneo
- Estrechando el rango de masas
- Ajuste de la temperatura de la línea de transferencia
- Modificación de un ajuste automático

Cambio de la separación cromatográfica

Las formas de los picos son definidas por las condiciones cromatográficas. Si su pico es demasiado ancho, demasiado estrecho, o no lo suficientemente simétrico, la mejor manera de mejorar su método es cambiar las condiciones cromatográficas. Vd. deberá empezar modificando el flujo del GC gas portador o las temperaturas del horno (la temperatura inicial, tiempo de espera inicial, rampa de temperatura, temperatura final para esa rampa, y el tiempo de espera a esa temperatura final). Estas temperaturas pueden ser ajustadas para cada rampa.

Es importante recordar que los cambios en el horno son fuertemente dependientes de la naturaleza de los compuestos que Vd. está analizando. En algún momento, el horno ha de tomar una temperatura superior al punto de ebullición de los compuestos que busca. Si el horno GC no está en ese punto de ebullición, los compuestos no se volatilizarán, quedando inmobilizados. Habitualmente se efectúan cambios en las rampas de temperatura para separar picos coeluyentes.

Búsqueda de la mejor manera de realizar una inyección

Ajustar el modo en que Vd. pasa la muestra desde la aguja a la columna puede a veces mejorar los resultados en sus datos. Trate de modificar el método del muestreador automático, de inyectar una cantidad de líquido diferente, de ajustar la temperatura o el flujo del puerto del inyector, o de cambiar la velocidad de su inyección. Puede también intentar usar modo de inyección de aguja caliente o fría en la inyección. En algunos casos, el ajuste de los *liners* de su puerto de inyección puede ofrecerle mejores resultados. (Para obtener instrucciones detalladas, vea la guía de usuario de su muestreador automático.)

Mejora de la manera de preparar muestras

Aunque la preparación de muestras añade tiempo y costos al conjunto del análisis, un método más específico puede aportarle mejores resultados. Trate de extraer su muestra en un disolvente que incremente la solubilidad de los analitos de interés, pero no incremente la solubilidad de los otros compuestos. Pruebe a cambiar de disolvente si su método lo permite.

Vd. puede también usar o cambiar la fase de un cartucho de extracción de fase sólida, lo que le ofrece resultados similares a cambiar de disolvente. También puede modificar la manera en que prepara muestras cambiando el tipo de cartucho que está usando.

Cambio de la velocidad de escaneo

La precisión de sus datos depende de lo bien definido que esté su pico cromatográfico. Típicamente, obtendrá una buena precisión cuando muestree diez veces a lo largo del pico cromatográfico. Aumentar la velocidad de escaneo también aumenta el número de veces que muestrea a lo largo del pico. Sin embargo, aumentar demasiado la velocidad de escaneo resulta en ruido en el espectro de masas, lo que disminuye su precisión analítica. Para optimizar su velocidad de escaneo, seleccione una velocidad que le dé de 8 a 12 puntos a lo largo del pico cromatográfico.

Estrechando el rango de masas

Al estrechar el rango de masas, puede observar directamente los compuestos de interés. Sin embargo, si quiere observar un alto número de compuestos que tienen un amplio rango de fragmentos de masa, es sensato usar un amplio rango de masas. Para estrechar el rango de masas, refine los parámetros de escaneo a un número menor. Un rango de masas más estrecho también le permitirá disminuir la velocidad de escaneo y obtener el mismo muestreo de pico cromatográfico. Fragmentando su método MS en grupos le permitirá crear ajustes MS específicos a cada compuesto para optimizar sus datos.

Ajuste de la temperatura de la línea de transferencia

Si la temperatura de su línea de transferencia está ajustada demasiado baja, los compuestos menos volátiles pueden quedarse atrás en la línea de transferencia y nunca llegar a la fuente de iones. Por el contrario, si su línea de transferencia está demasiado caliente, Vd. podría dañar la columna o causar una descomposición térmica en los compuestos que analiza. Comúnmente, la temperatura de su línea de transferencia debiera estar 10 °C sobre el punto de ebullición más alto de los compuestos de interés, sin llegar a la temperatura de uso seguro máxima para la columna. Incremente la temperatura de la fuente también para mejorar la respuesta de los compuestos de alto punto de ebullición, prevenir la exudación de la columna, y que compuestos de la matriz ensucien la fuente de iones.

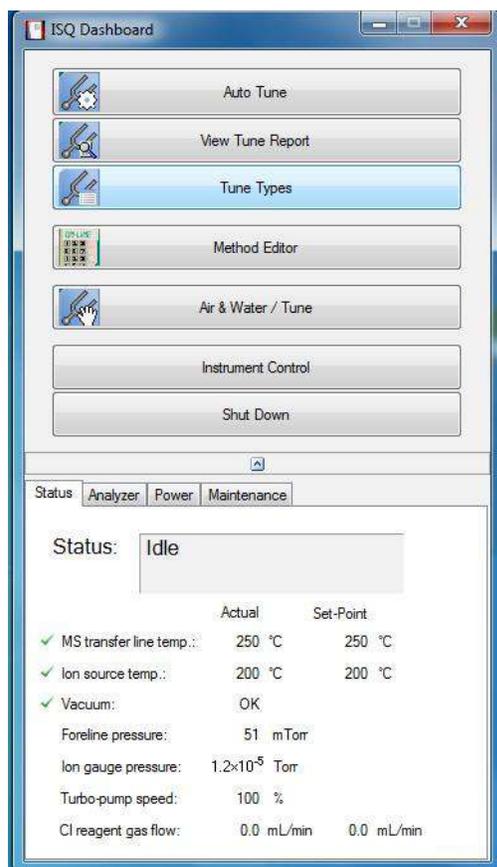
Nota La temperatura de su línea de transferencia y la de la Fuente de iones debieran ser similares para evitar la contaminación de la Fuente de iones.

Modificación de un ajuste automático

Autoajuste Serie ISQ (*ISQ Series Autotune*) es una utilidad que usa ciertos parámetros en los tipos de ajuste para optimizar el rendimiento del sistema cuando se genera un archivo de ajuste. Para modificar un ajuste automático:

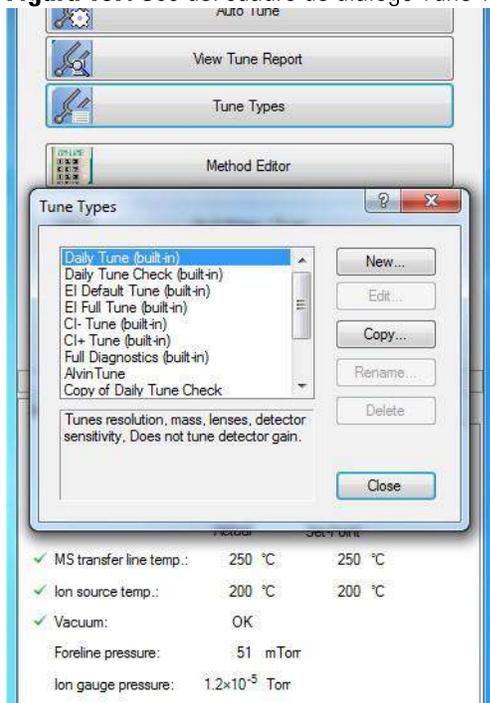
1. Haga clic en **Tune Types** en el *ISQ Series Dashboard* del software Xcalibur, con icono de acceso directo en el escritorio de su ordenador.

Figura 106. Accediendo al *Tune Type Editor* del Dashboard Serie ISQ



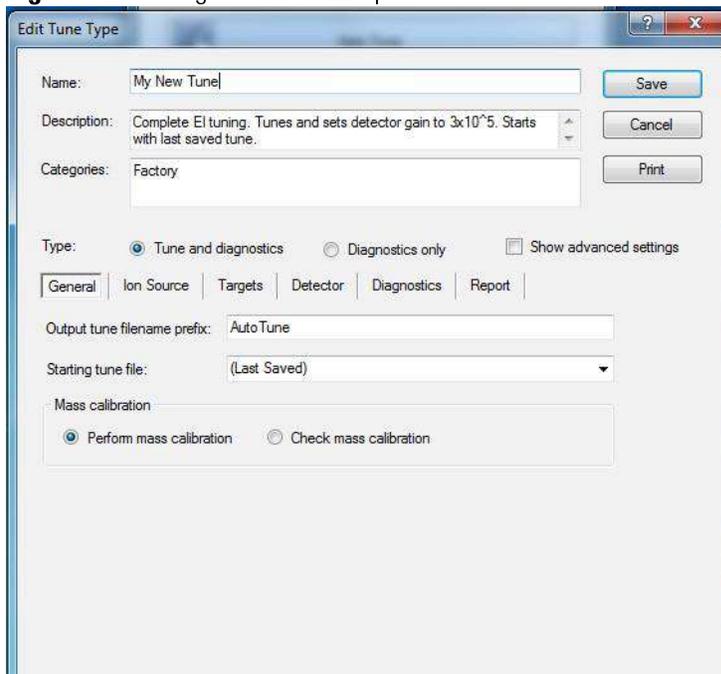
2. En el cuadro de diálogo *Tune Types*, seleccione un tipo de ajuste para editar y haga clic en el botón **Copy**.

Figura 107. Uso del cuadro de diálogo *Tune Types*



3. Configure las opciones en la pestaña **General**.

Figura 108. Configuración de las opciones en *General*



- **Name**—Use este campo para introducir un nombre para su tipo de ajuste.
- **Description**—Use este campo para introducir detalles o notas sobre su tipo de ajuste.

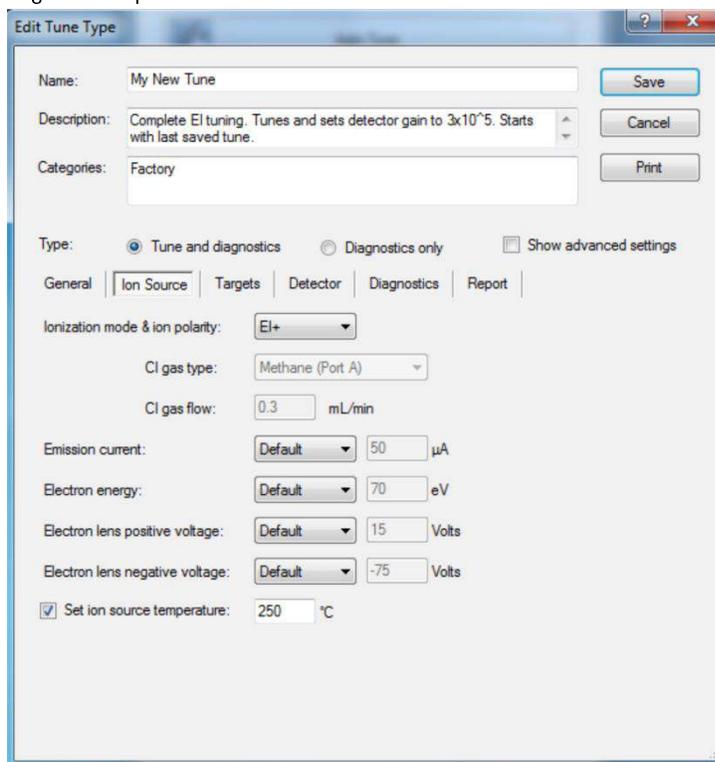
- **Type**—Seleccione **Tune and Diagnostics** para ejecutar un ajuste de lente con diagnóstico o seleccione **Diagnostics Only** si está creando una prueba diagnóstica.
- **Output Tune Filename Prefix**—Use este campo para introducir un prefijo para ser añadido al título de su informe de ajuste. Por ejemplo, si Vd. procesa a menudo informes BFB, Vd. puede introducir aquí BFB para distinguirlo de otros informes que Vd. genere.
- **Starting Tune File**—Use este menú desplegable para seleccionar un archivo de ajuste en el que se basará su tipo de ajuste:

Nota Si Vd. selecciona un archivo de ajuste con un nombre que solo contiene el prefijo, en lugar de un archivo de ajuste que contenga información de fecha y hora, el archivo de ajuste más reciente que contenga ese prefijo será el cargado al comienzo de cada ajuste.

- Seleccione **Factory** para usar por defecto en el instrumento un archivo hecho en fábrica que puede usarse para comenzar a ajustar el instrumento con una fuente de iones limpia.
- Seleccione **Last Saved** para usar un archivo de ajuste guardado en el instrumento por el ajuste automático satisfactorio más reciente. Un archivo de ajuste puede también ser cargado y guardado en el instrumento por el archivo de ajuste *Last Saved* usando *ISQ Series Manual Tune*.
- Seleccione un archivo de ajuste específico si Vd. tiene un archivo de ajuste fiable que quiere usar para probar un nuevo archivo de ajuste.
- **Perform Mass Calibration** —Seleccione este botón para permitir que el sistema recalibre todas las masas durante un ajuste.
- **Check Mass Calibration** —Seleccione este botón para permitir que el sistema confirme que su calibración de masas es correcta, en lugar de llevar a cabo una calibración de masas.

4. Configure las opciones bajo la pestaña **Ion Source**.

Figura 109. Configure las opciones de la fuente de iones



- **Ionization Mode e Ion Polarity**—Use este menú desplegable para seleccionar un modo:
 - Seleccione EI+ para efectuar un ajuste en el modo Ionización de electrones (EI).
 - Seleccione CI+ para efectuar un ajuste en el modo Ionización química (CI) con iones positivos.
 - Seleccione CI- para efectuar un ajuste en modo CI con iones negativos.
- **CI Gas Type** (solamente activo si selecciona CI+ o CI-)—Use este menú desplegable para seleccionar un tipo de gas, pero asegúrese de que su selección sea el gas reactivo conectado a su sistema y que se ha seleccionado el puerto de gas correcto. El metano es comúnmente usado para CI+. Otros gases cambiarán la eficiencia y energía del proceso de ionización.

Nota Cuando cambie tipos de gas CI o puertos de gases, hay un lapso de dos minutos mientras el gas reactivo se purga. Durante este tiempo, el piloto *Busy* (ocupado) estará encendido, y Vd. tendrá que esperar a que se apague antes de usar el software del sistema Serie ISQ.

- **CI Gas Flow** (activo cuando Vd. seleccione un tipo de gas CI)—Use este campo para introducir el flujo de su gas CI.
- **Corriente de emisión**—Use este campo para definir la corriente de emisión que Vd. usa para ejecutar ajustes posteriores, pero no la corriente de emisión que es usada para la adquisición de datos.
 - **Tune File**— Seleccione esta opción para usar el valor en el archivo de ajuste que Vd. seleccionó en la pestaña *General*.
 - **Default**— Seleccione esta opción para usar la corriente de emisión por defecto, que es 50 μA.

8 Optimización de su método

Modificación de un ajuste automático

- **Custom**—Seleccione esta opción si Vd. quiere usar un valor distinto de 50 μA cuando incremente o disminuya la sensibilidad del instrumento. Para la corriente de emisión, el valor por defecto es 50 μA . Vd. deberá ajustarlo con el mismo valor que planea usar para su análisis. El uso de corrientes de emisión por encima de 100 μA puede llevar a generar demasiados iones en la fuente, una menor vida útil del filamento, y causar una degradación innecesaria de la fuente.
- **Electron Energy**—Use este campo para indicar la energía de los electrones que saltan del filamento, y para extender la vida útil del filamento.
- **Default**— Seleccione esta opción para usar la energía de electrón por defecto, que es 70 V.
- **Tune File**— Seleccione esta opción para usar el valor en el archivo de ajuste que Vd. seleccionó en la pestaña *General*.
- **Custom**—Seleccione esta opción para ajustar la energía de los electrones emitidos por el filamento. Por ejemplo, Vd. puede cambiar el voltaje si quisiera cambiar la eficiencia de la ionización y la fragmentación de la muestra. Este valor se ajusta normalmente a 70 V porque las librerías EI estándar están basadas en haces de electrones de 70 eV.

Nota No es recomendable reducir la energía de electrón por debajo de 70 eV. El compuesto de calibración no estará suficientemente ionizado para ajustes o calibraciones a bajas energías de electrón.

- **Electron Lens Positive Voltage**—Use este campo para permitir a los electrones entrar en el volumen de ionización.
- **Default**— Seleccione esta opción para usar el voltaje positivo de la lente de electrones por defecto, que es de 15 V.
- **Tune File**— Seleccione esta opción para usar el valor en el archivo de ajuste que Vd. seleccionó en la pestaña *General*.
- **Custom**—Seleccione esta opción si no quiere usar el valor por defecto para el ajuste. Para el voltaje positivo de la lente de electrones el valor por defecto es 15 V. Vd. deberá ajustarlo con el mismo valor que planea usar para su análisis. Este valor afecta el enfoque del haz de electrones sobre la fuente. Si Vd. cambia la energía de electrón a otra distinta de 70 V, este valor también cambiará. Este voltaje debe siempre estar al menos 45 V por encima del voltaje aplicado al filamento. El voltaje aplicado al filamento es el mismo número, pero con signo opuesto, de la energía de electrón.
- **Electron Lens Negative Voltage**. Este campo se usa para permitir a los electrones entrar en el volumen de ionización.
- **Default**— Seleccione esta opción para usar el voltaje negativo de la lente de electrones por defecto, que es -75 V.
- **Tune File**— Seleccione esta opción para usar el valor en el archivo de ajuste que Vd. seleccionó en la pestaña *General*.

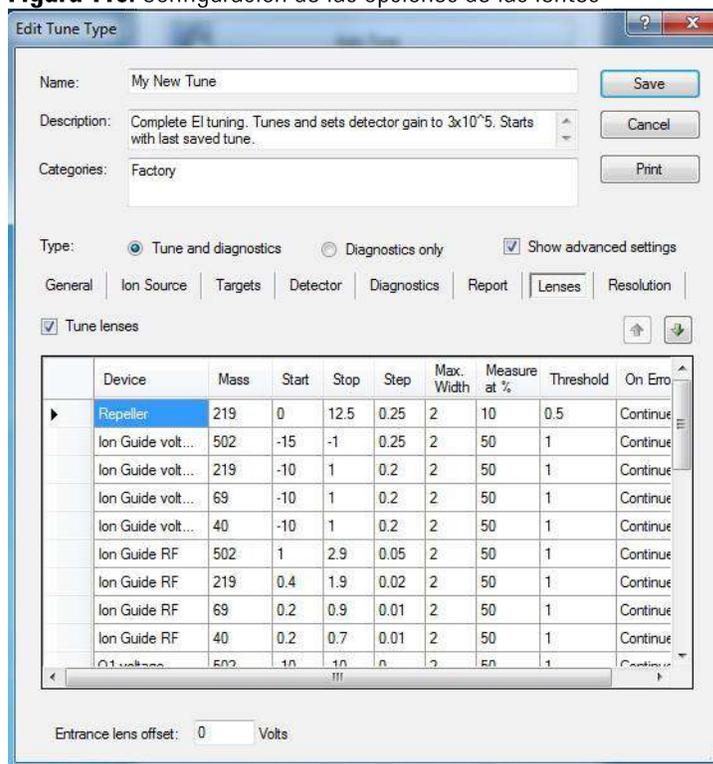
- **Custom**—Seleccione esta opción si no quiere usar el valor por defecto para el ajuste. Para el voltaje negativo de la lente de electrones el valor por defecto es -75 V. Vd. deberá ajustarlo con el mismo valor que planea usar para su análisis. Este valor afecta la eficiencia con que se impide a los electrones entrar en la fuente de iones si no debieran hacerlo. Si Vd. cambia su energía de electrón a otra distinta de 70 V, este valor también cambiará. Este voltaje debe siempre estar al menos 5 V por debajo del voltaje aplicado al filamento. El voltaje aplicado al filamento es el mismo número, pero con signo opuesto, de la energía de electrón. Si Vd. establece este valor para ser menor que la energía de electrón, por ejemplo, si la EE es 70 eV, y el voltaje negativo se ajusta a -50 V, los electrones no pueden ser impedidos de entrar en la zona de ionización. Si el voltaje negativo se ajusta a -75 V, por el contrario, los electrones no podrán entrar en la fuente. Este campo no será usado en esta ocasión.
- **Set Ion Source Temperature**—Seleccione esta casilla para activar el campo temperatura. Después introduzca un valor entre 0 y 350 °C (el predeterminado es 200 °C). La temperatura óptima es determinada por la estructura y peso de los compuestos que Vd. está analizando. Los compuestos más pesados requieren una temperatura más alta. Vd. deberá ajustar la temperatura a tan alta como sea posible para mantener la fuente de iones limpia y mantener el grado correcto de sensibilidad.

Consejo Si Vd. va a efectuar ajustes regularmente entre ejecuciones de grupos de muestras, podrá ahorrar tiempo de espera al equilibrio de las temperaturas estableciendo las temperaturas a las mismas usadas en su método de adquisición.

5. Configure las opciones bajo la pestaña **Lenses**. El ajuste de lente es la parte principal del algoritmo de ajuste. En esta sección Vd. puede elegir qué componentes ajustar, qué masa optimizar para el ajuste, cual es el rango de valores permitidos, cómo moverse a través del rango, cuánto debe cambiar la señal para elegir un nuevo valor, y qué (si acaso) debe hacerse con respecto a la resolución del pico y cualquier error que pudiera ocurrir.

Nota Haga clic en la casilla **Advanced Settings** para acceder a la pestaña **Lenses**.

Figura 110. Configuración de las opciones de las lentes



- **Device**—Use este menú desplegable para seleccionar el componente que Vd. quiere ajustar en relación a los establecidos en las otras columnas.
- **Repeller**—Seleccione esta opción para controlar cómo el *repeller* expulsa los iones fuera de la región de ionización. El voltaje aplicado a este componente tendrá un efecto muy fuerte en la energía del haz de iones, lo que repercutirá con fuerza en la resolución y la intensidad. A menor voltaje, mejor resolución. No obstante, mayores voltajes prevendrán que los iones alcancen la superficie del *repeller*, lo que conlleva una mejor robustez. Son valores típicos de 0 a 5 V, aunque un sistema sucio puede hacer que el *repeller* ascienda hasta 12.5 V. No recomendamos un ajuste más alto para el *repeller*.
- **Lens 1**—Seleccione esta opción para controlar la lente 1, que es la primera de las tres lentes que los iones ven según abandonan la región de ionización. Estas tres lentes actúan como elemento de enfoque para maximizar la intensidad del haz de iones que entra en la guía de iones. Este campo se puede ajustar normalmente entre -35 y -50 V.
- **Lens 2**—Seleccione esta opción para controlar la lente 2, que es la segunda de las tres lentes que los iones ven según abandonan la región de ionización. Estas tres lentes actúan como elemento de enfoque para maximizar la intensidad del haz de iones que entra en la guía de iones. Este campo se puede ajustar normalmente entre 0 y -15 V en modo EI. En modo CI, el voltaje óptimo estará entre 0 y -30 V.

- **Lens 3**— Seleccione esta opción para controlar la lente 3, que es la última de las tres lentes que los iones ven según abandonan la región de ionización. Estas tres lentes actúan como elemento de enfoque para maximizar la intensidad del haz de iones que entra en la guía de iones. Este campo se puede ajustar normalmente con voltaje similar al de la lente 1.
- **Ion Guide DC**— Seleccione esta opción para controlar el voltaje CC de compensación de la guía de iones. En potencia, puede ayudar a enfocar los iones hacia el cuadrupolo, mientras se asegura que el ruido neutro es eliminado. El voltaje en este componente depende de la masa y debe ser ajustado para diferentes masas. Este campo está típicamente establecido entre +1 y -15 V, dependiendo de la masa del ion.
- **Ion Guide RF**— Seleccione esta opción para controlar el voltaje RF de la guía de iones. En potencia, puede ayudar a enfocar los iones hacia el cuadrupolo, mientras se asegura que el ruido neutro es eliminado. El voltaje en este componente depende de la masa y debe ser ajustado para diferentes masas. Este campo está típicamente ajustado entre 0 y +5 V, dependiendo de la masa del ion.
- **Q1**— Seleccione esta opción para controlar el voltaje que arrastra los iones a adentrarse en el cuadrupolo. El voltaje aplicado a este componente tendrá un efecto muy fuerte en la energía del haz de iones, lo que repercutirá con fuerza en resolución e intensidad. A menor voltaje, mejor resolución. No obstante, mayores voltajes llevarán hacia los cuadrupolos más iones, lo que aporta una mejor señal. Este campo se ajusta normalmente entre 0 y -5 V.
- **Resolution**— Seleccione esta opción para ajustar la proporción de los voltajes DC y RF del cuadrupolo para crear la resolución requerida en su análisis. Puede ajustar la anchura de pico deseada para una masa determinada, y si se mide la anchura al 10% o 50% de la altura del pico. Sin haber voltaje CC estático involucrado, los valores *start*, *stop*, y *step* no son usados.
- **Mass**— Use este menú desplegable para seleccionar el ion que será usado para ajuste.
- **Start**— Use este campo para introducir el voltaje inicial del ajuste. El voltaje inicial debe siempre ser menor que el voltaje final. Por ejemplo, -35 es menor que 0.
- **Stop**— Use este campo para introducir el voltaje final para el ajuste.
- **Step**— Use este campo para introducir el incremento para el rango de ajuste. Por ejemplo, si Vd. ajusta de 0 a 50 en incrementos de 10 V, debe ajustar este valor en el campo **Step** a 10.

Nota Si los valores *start* y *stop* son iguales, el dispositivo se ajustará a ese valor e ignorará el tamaño de *step*. Puede observar que en algunos ajustes los dispositivos se establecen en un valor antes ajustarlos en otra línea. Se hace así porque los dispositivos que usan rampas no permitirán que el ajuste sea ejecutado a valores más altos que los ajustes elegidos para masas mayores en el mismo dispositivo.

- **Max Width**— Use este campo para introducir la anchura del ion máxima permitida durante el ajuste.
- **Measure at %**— Use este menú desplegable para seleccionar el lugar en el pico en el que quiere medir la anchura máxima.
- **10**— Seleccione esta opción para medir la anchura al 10% de la altura del pico.

- **50**— Seleccione esta opción para medir la anchura al 50% de la altura del pico.
- **Threshold**—Use este campo para introducir el cambio en intensidad que debe ocurrir cuando se ajuste para seleccionar un nuevo voltaje. Por ejemplo, si Vd. establece este campo en 1.1, el ajuste no seleccionará un nuevo voltaje para ese componente, salvo que la intensidad sea el 110% de la anterior intensidad. Si Vd. establece este campo en 1, cada vez que el nuevo voltaje tenga una intensidad mayor que la anterior, seleccionará la nueva intensidad.

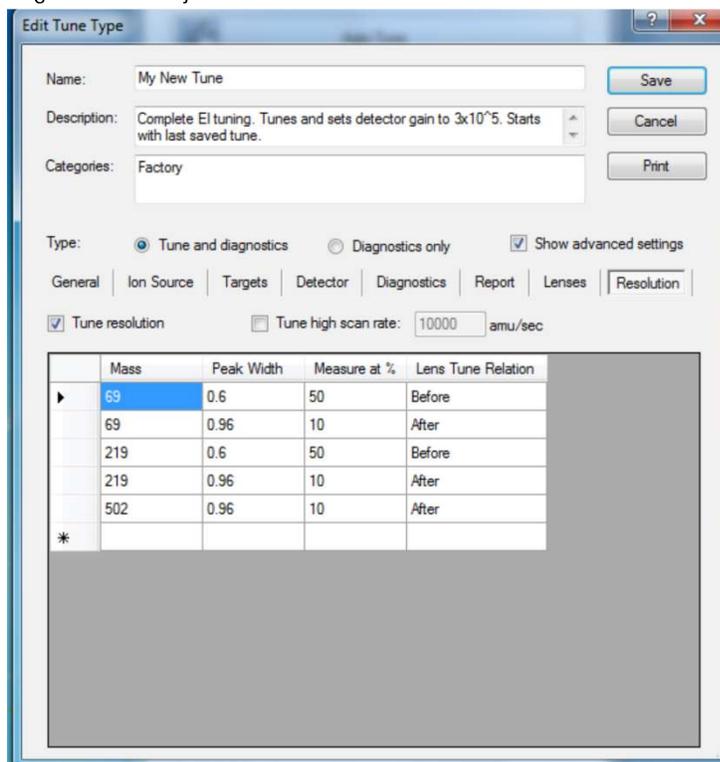
Nota Si se elige un valor menor que 1 para dispositivos que usan rampas, el ajuste descenderá en energía hasta que sea detectada una intensidad más baja. Por ejemplo, si se ajusta a 0.8, será elegido el valor para el dispositivo menor en energía que el valor con la máxima respuesta y que dé una intensidad lo más cercana al 80% de la intensidad máxima

- **On Error**—Use este menú desplegable para seleccionar cómo manejar un error en el ajuste.
 - **Fail**—Seleccione esta opción para detener el ajuste cuando ocurra un error, o si no se encuentran puntos de ajuste que cumplan los criterios del ajuste.
 - **Continue**—Seleccione esta opción para permitir proseguir el ajuste hacia el siguiente dispositivo cuando ocurre un error.
6. Haga clic en la pestaña **Resolution** para configurar la resolución de su ajuste. Vd. puede ajustar la resolución durante un ajuste de lente o ajustarla por sí misma.

Nota Haga clic en la casilla **Advanced Settings** para acceder a la pestaña **Resolution**.

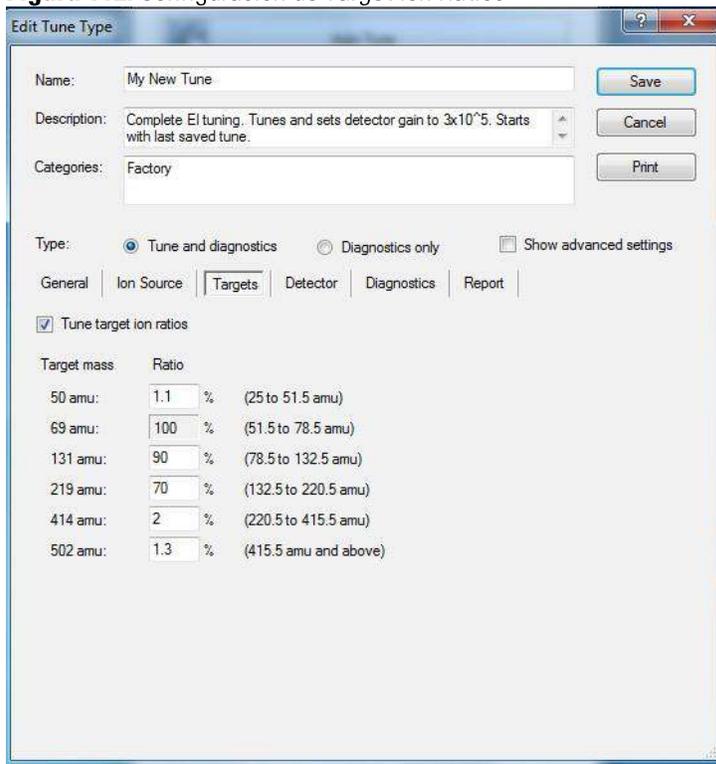
- **Tune Resolution**—Seleccione esta opción para ajustar la resolución por sí misma. Esta resolución dispondrá el sistema para velocidades de escaneo de 100 y 1000 amu/s. También pueden seleccionarse velocidades mayores.

Figura 111. Configuración del ajuste *Resolution*



- **Mass**— Use este menú desplegable para seleccionar el ion que será usado para ajuste.
 - **Peak Width**—Use este campo para introducir la anchura de pico deseada.
 - **Measure at %**— Use este menú desplegable para seleccionar el lugar en el pico en el que quiere medir la anchura deseada.
 - 10— Seleccione esta opción para medir la anchura al 10% de la altura del pico.
 - 50— Seleccione esta opción para medir la anchura al 50% de la altura del pico.
 - **Lens Tune Relation**—Use este menú desplegable para establecer la ocurrencia de los parámetros de ajuste de resolución antes de, o después de un ajuste de lente.
 - **Before and After**—Seleccione esta opción para usar los mismos parámetros de resolución antes de, y después de un ajuste de lente.
 - **Before**— Seleccione esta opción para usar los parámetros de resolución antes de un ajuste de lente.
 - **After**— Seleccione esta opción para usar los parámetros de resolución después de un ajuste de lente.
 - **Tune High Scan Rate**—Seleccione esta casilla para ajustar la resolución a una velocidad de escaneo adicional a las velocidades de escaneo por defecto de 100 y 1000 amu/s.
7. Haga clic en la pestaña **Targets** para configurar cómo quiere ajustar sus objetivos. El ajuste de objetivos se usa para establecer la manera en que se ajusta el instrumento serie ISQ para pasar requisitos regulatorios.

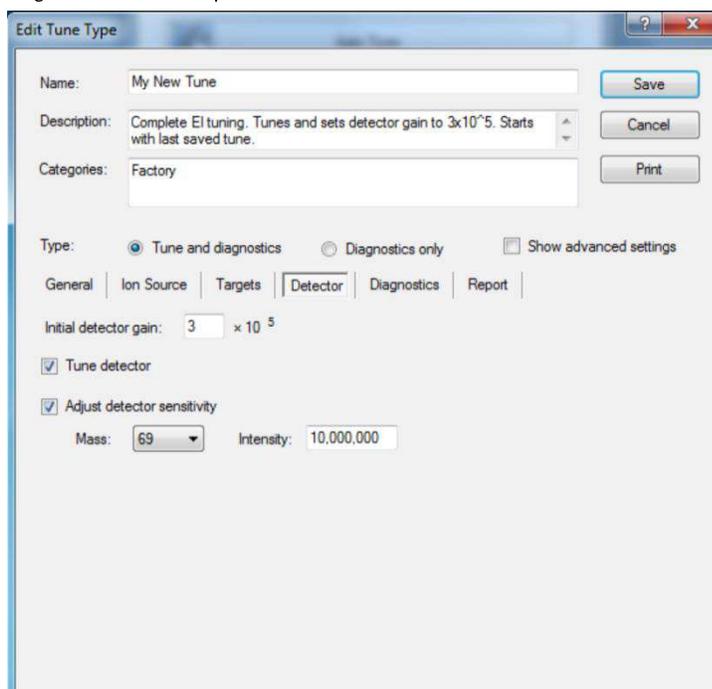
Figura 112. Configuración de *Target Ion Ratios*



- **Tune Target Ion Ratios**—Seleccione esta casilla para ajustar las proporciones de los iones basándose en los resultados de una inyección de compuesto de ajuste.

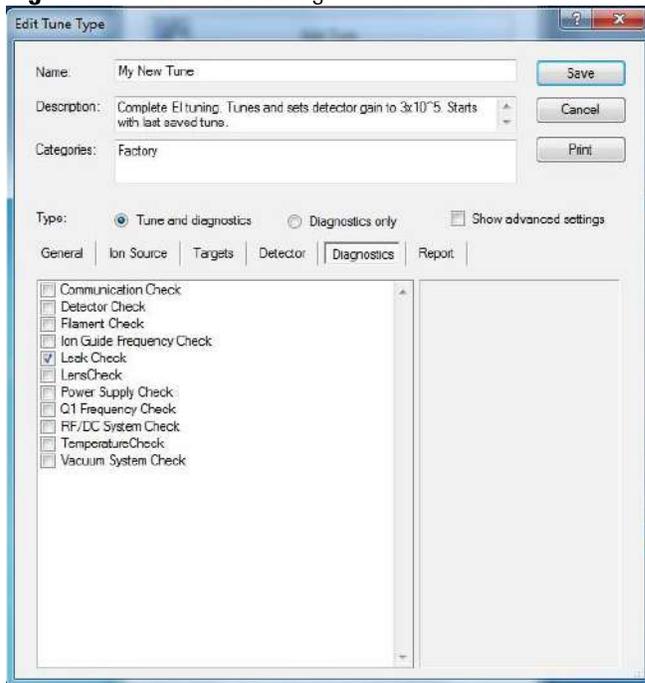
8. Configure las opciones bajo la pestaña **Detector**.

Figura 113. Configuración de las opciones del detector



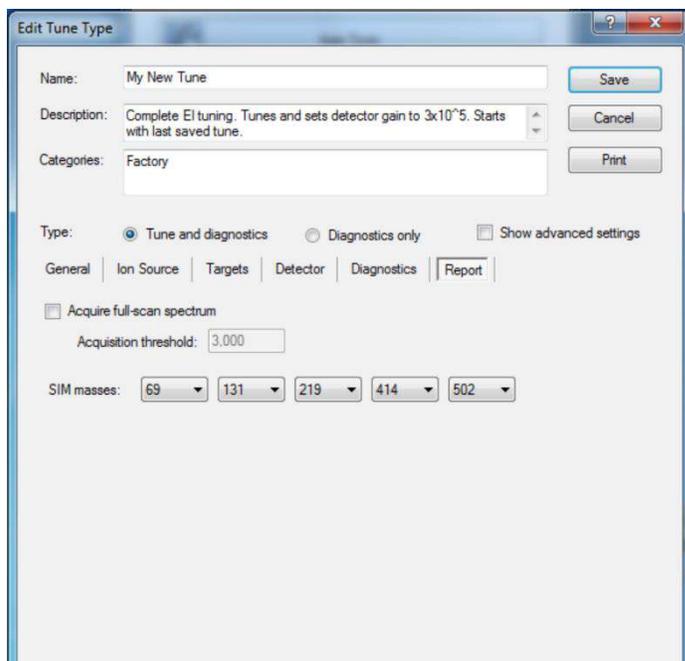
- **Initial Detector Gain**— Seleccione esta opción para establecer la ganancia real del multiplicador de electrones. La ganancia es el número de electrones generados por cada ion que alcanza el detector. Este ajuste está normalmente entre 1×10^5 y 3×10^5 electrones por ion. Ganancias mayores generarán más electrones por ion, pero tanto la señal del ion analito como la del ruido de iones serán mayores. También puede ajustar a valores menores de ganancia, lo que disminuye la potencia de la señal. Valores más bajos también incrementan la posibilidad de que un ion no sea detectado. Según envejece el multiplicador de electrones, aumentará el voltaje requerido para una ganancia concreta. Dependiendo de su carga de muestras y de si su sistema esté a prueba de fugas (el oxígeno perjudica al detector), Vd. no debiera realizar este ajuste muy a menudo.
 - **Tune Detector**— Seleccione esta casilla para ajustar el detector.
 - **Adjust Detector Sensitivity**— Seleccione esta casilla para ajustar que el detector genere un número consistente de áreas de un ion de gas de calibración para el informe de ajuste. Dado que la intensidad del gas de calibración varía dependiendo de la presión atmosférica y la temperatura del laboratorio, esta opción resultará en una variación mayor en las ejecuciones analíticas, en comparación a usar una ganancia fija del detector.
 - **Mass**— Use este menú desplegable para seleccionar la masa del gas de calibración que Vd. quiere usar.
 - **Intensity**— Use este campo para introducir la intensidad que quiere ver en el informe de ajuste.
9. Haga clic en la pestaña **Diagnostics** y seleccione un test para confirmar la habilidad operativa del sistema Serie ISQ.

Figura 114. Acceso a los diagnósticos del sistema Serie ISQ



10. Haga clic en la pestaña **Report** para configurar cómo quiere ver sus datos.

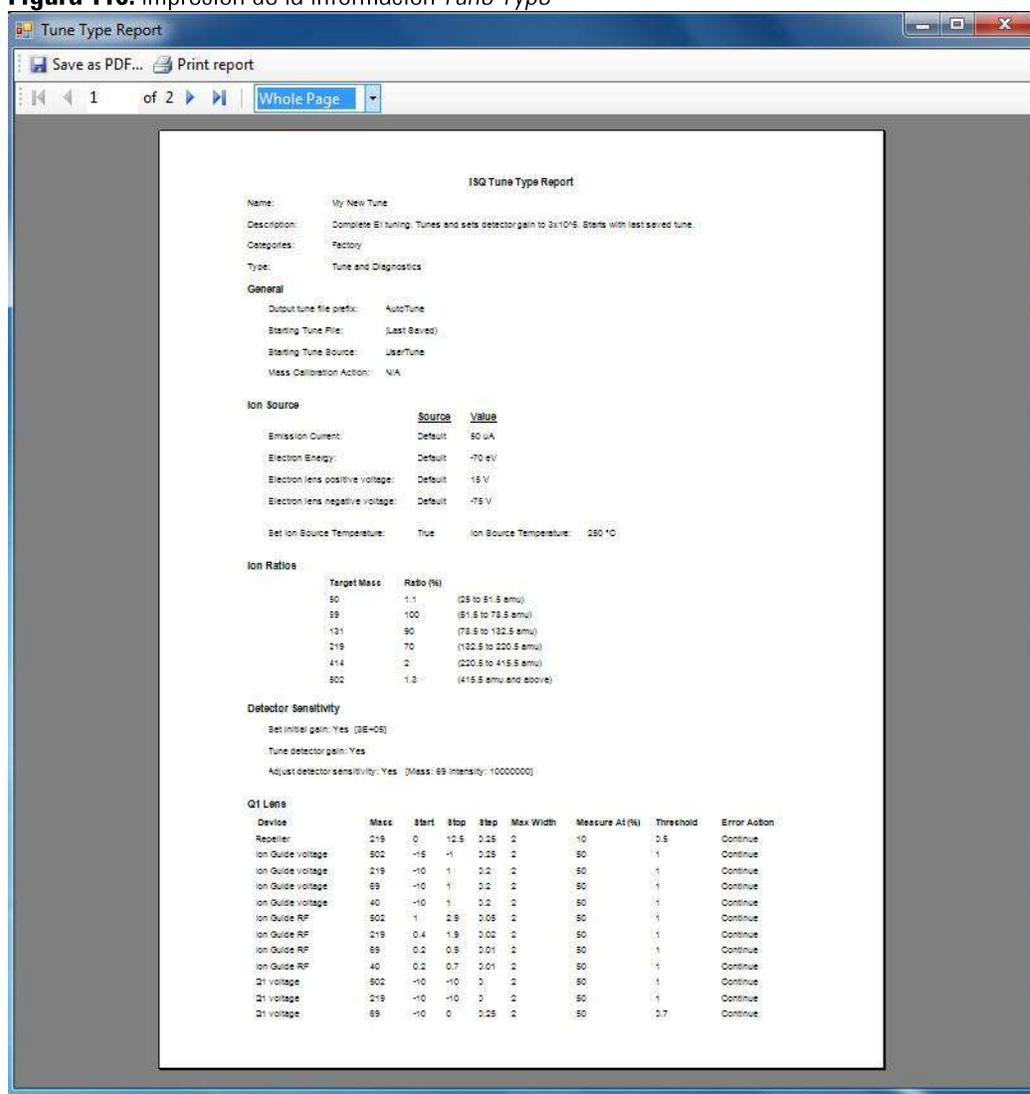
Figura 115. Configuración de las opciones del informe



- **Acquire Full-Scan Spectrum**—Seleccione esta casilla para mostrar el espectro completo en su informe de ajuste.

- **Acquisition Threshold**—Use este campo para introducir un altura mínima de pico para el archivo de datos. Si su pico tiene una intensidad menor que este umbral, no será guardado.
 - **SIM Masses**—Use estos menús desplegables para seleccionar las masas a mostrar en su informe de ajuste. Vd. puede seleccionar un máximo de cinco masas, una de cada menú.
11. Una vez que Vd. acabó de configurar todas las pestañas, haga clic en el botón **Save** para guardar estos ajustes. Su nuevo tipo de ajuste está ahora en la ventana *Tune Types*.
 12. Haga clic en **Print** para guardar su información de tipo de ajuste como pdf o para imprimir una copia de la información en papel.

Figura 116. Impresión de la información *Tune Type*



13. Haga clic en **Close** para regresar a la ventana *Method Setup*. Ahora, este tipo de ajuste puede ser seleccionado durante un ajuste automático.

Resolución de problemas

Esta sección contiene información para ayudarle a diagnosticar problemas en sus datos. Muchas veces, su experiencia como científico le permitirá, al ver sus datos, detectar que algo está mal, bien en el instrumento o en su muestra. Este capítulo describe las indicaciones más comunes de los problemas con referencias, picos o resultados.

Contenido

- No hay presencia de iones en los escaneos
- Comprobación del firmware del Sistema ISQ
- Cómo saber cuándo su sistema necesita mantenimiento
- Investigación de problemas de línea base
- Investigación de problemas de picos
- Investigación de problemas de resultados
- Reconfiguración de su instrumento
- Mejora del Software

Al revisar sus datos, Vd. puede encontrar problemas afectando a referencias, picos, o resultados. Use la información en esta sección para diagnosticar y resolver la cuestión. Si se trata de un problema de hardware, vea la sección de resolución de problemas del Manual de Hardware ISQ.



ADVERTENCIA - RIESGO DE CHOQUE ELECTRICO: Cuando intente resolver un problema que requiera retirar alguna cubierta del ISQ, Vd. deberá apagar y ventilar el instrumento para evitar daños personales.

Un primer paso, inmejorable para resolver problemas, es ejecutar un ajuste en el Sistema ISQ. Si Vd. tiene buenas intensidades de ion, buenas formas de pico, y no hay fugas de aire, Vd. debiera observar primero el GC, el muestreador automático, o el gas portador.

Si Vd. tiene alguna fuga de aire, localícela y resuélvala. Preste atención en particular a la férula de la línea de transferencia, manilla de la válvula de ventilación, panel frontal, y compuerta de vacío (*interlock*) en el Instrumento ISQ, así como la entrada en el GC.

9 Resolución de problemas

No hay presencia de iones en los escaneos

Si sus intensidades son demasiado bajas, asegúrese de que la compensación de vacío del portador está activada.

IMPORTANTE Cuando inserte un cartucho de fuente de iones frío, como por ejemplo tras una limpieza o cuando alterne entre modos EI y CI, la fuente de iones y el grupo de lentes se expandirán según se calienta el cartucho de la fuente, a menudo empujando el volumen de ionización y las lentes desde la trasera del instrumento, donde están fijados firmemente por los contactos de resorte de las lentes RF. Para evitar contactos eléctricos intermitentes a las lentes, Vd. debe insertar el cartucho de la fuente de iones, esperar 30 min. para llevarlo a temperatura, y después retirarlo y reinsertarlo. Vea el Manual de Hardware ISQ para obtener instrucciones de limpieza y de cómo insertar el cartucho de la fuente de iones.

No hay presencia de iones en los escaneos

❖ Intente las siguientes soluciones si no puede ver iones en ningún escaneo

1. Retire y reinstale el cartucho de la fuente de iones.
2. Cambie filamentos.
3. Confirme que el archivo de ajuste de inicio es apropiado para el modo de ionización o para el nivel de limpieza de la fuente.
4. Confirme que el volumen de ionización insertado es el correcto (EI o CI).
5. Ejecute pruebas diagnósticas (tipo de ajuste solo diagnóstico).
6. Limpie la fuente de iones.

❖ Intente lo siguiente si no ve iones en modo CI

1. Confirme que el volumen de ionización CI está instalado.
2. Confirme que el gas reactivo está conectado y activado.
3. Cambie filamentos.

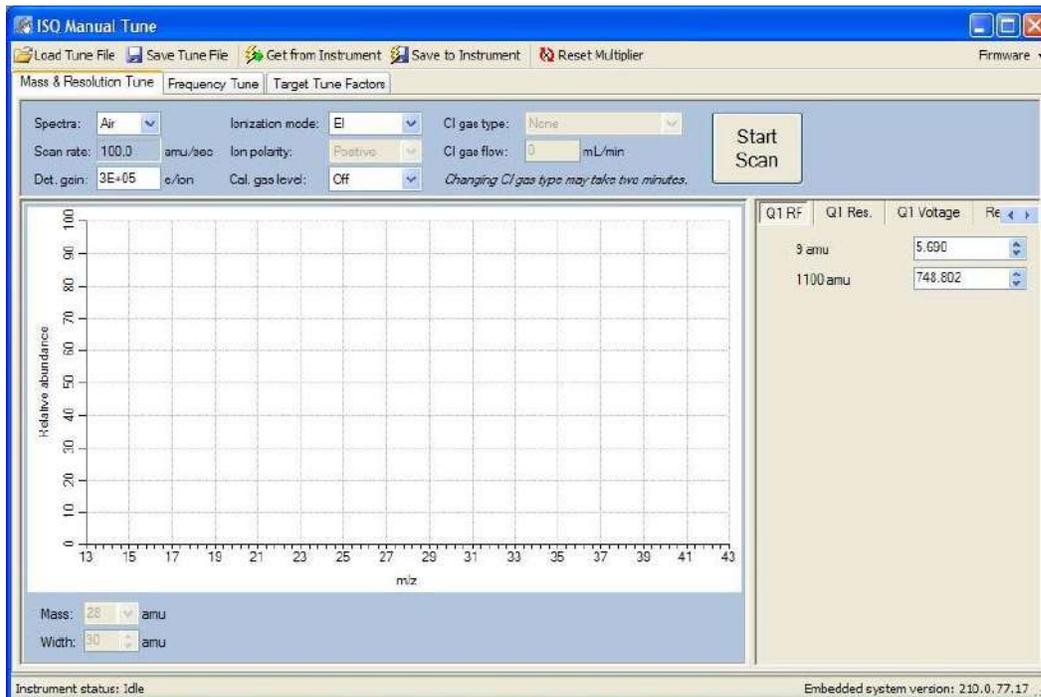
Comprobación del firmware del Sistema ISQ

Confirme que está ejecutándose la versión correcta del firmware del Instrumento ISQ.

❖ Para encontrar la versión del firmware instalada en su sistema ISQ

1. En el Dashboard ISQ, haga clic en **Air & Water/Tune**. Esto abre el ajuste manual ISQ.

Figura 117. La utilidad de ajuste manual ISQ

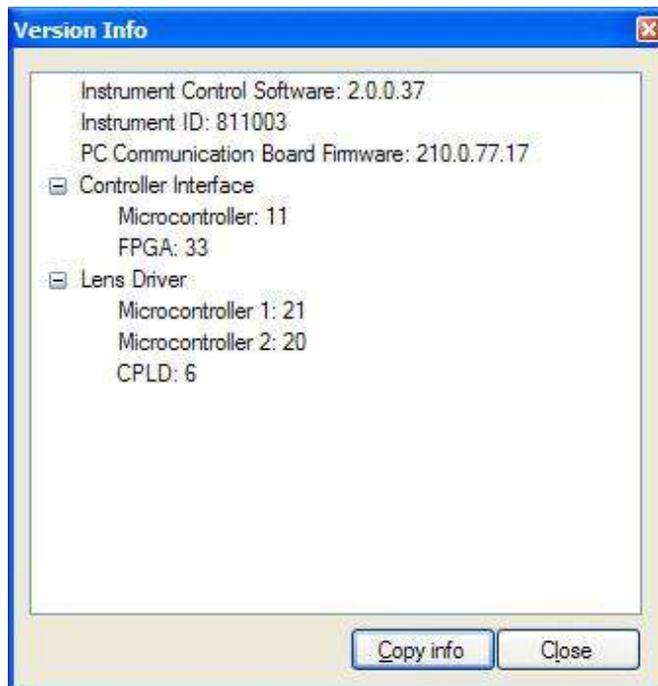


2. Haga clic en **Firmware** en la esquina superior derecha de la pantalla de inicio en *ISQ Manual Tune*.
3. Se abre un nuevo menú. Haga clic en **Version Info**.
4. Se abre un cuadro de diálogo que informa de las versiones del firmware para los controladores del instrumento ISQ, para la placa controladora de lentes, y para la placa de interfaz de control. Vea la Figura 118.

9 Resolución de problemas

Comprobación del firmware del Sistema ISQ

Figura 118. Determinación de las versiones del firmware



Nota Dependiendo de la versión del firmware para los controladores del instrumento ISQ que esté ejecutándose, los firmwares para la placa controladora de lentes, y para la placa de interfaz de control pueden no aparecer en la lista.

5. Haga clic en **Copy Info** para copiar la información al portapapeles de su PC.
6. Guarde esta información. Puede ser de utilidad para su Ingeniero de Servicio Thermo Fisher Scientific si necesitara una llamada de servicio.

Cómo saber cuándo su sistema necesita mantenimiento

Normalmente, Vd. se dará cuenta de que su instrumento necesita mantenimiento cuando está analizando sus datos en el ordenador. Algunas de las razones e indicadores más comunes son los siguientes:

- **Contaminación**—Si Vd. nota un fondo excesivo en sus espectros de masas, ello es usualmente una indicación de que su instrumento está contaminado. Vea el espectro de masas en la tabla a continuación para comprender el origen de la contaminación. Si Vd. nota picos de disolvente de limpieza, ello es usualmente una indicación de que su cartucho de fuente de iones fue instalado antes de estar completamente seco.
- **Huellas dactilares** —Si Vd. nota una serie de picos de masas en sus datos que están separados 14 amu, ello es indicación habitual de huellas dactilares u otra contaminación por hidrocarburos. Para evitar las huellas dactilares, deberá usar guantes limpios y libres de pelusa cuando lleve a cabo cualquier tipo de mantenimiento en algún componente del colector de vacío del ISQ.
- **Fugas de aire**—Si Vd. nota una presión de vacío más alta de lo normal o una escasa sensibilidad, son debidas normalmente a fugas de aire. Compruebe la última junta tórica o férula que fue instalada.

Tabla 1. Contaminantes comunes

Iones (m/z) a monitorizar	Compuesto	Posible origen
13, 14, 15, 16, 17, 29, 41, 57	Metano	Gas CI
18, 28, 32, 44 o 14, 16, 19	H ₂ O, N ₂ , O ₂ , CO ₂ o N, O	Aire y agua residuales, fugas de aire, gases liberados de férulas Vespel
69, 100, 119, 131, 169, 181, 214, 219, 264, 376, 414, 426, 464, 502, 576, 614	PFTBA e iones afines	PFTBA (compuesto de ajuste)
31	Metanol	Disolvente de limpieza
43, 58	Acetona	Disolvente de limpieza
78	Benceno	Disolvente de limpieza
91, 92	Tolueno o xileno	Disolvente de limpieza
105, 106	Xileno	Disolvente de limpieza
151, 153	Tricloroetano	Disolvente de limpieza
149	Plastificantes (ftalatos)	Uso de guantes de vinilo o plásticos
Picos espaciados 14 amu	Hidrocarburos	Huellas dactilares, aceite de la bomba de Vacío previo u otros hidrocarburos

Investigación de problemas de línea base

Tabla 2. Investigación de cuestiones de línea base en sus datos (Hoja 1 de 2)

Comportamiento	Característica	Causa	Remedio
Línea base inestable	General	Se ha acumulado fase en la columna	Reemplace la columna o recorte el extremo de la columna.
		La línea base cromatográfica es alta	Reemplace la columna o recorte el extremo de la columna.
		La presión del gas portador es demasiado baja	Busque fugas en el inyector o en la ruta de flujo. Reemplace la bombona de gas portador si está vacía o baja. Aumente la presión si la presión máxima del inyector en el método es mayor que la presión ajustada en el regulador de la línea de portador. Asegúrese de que la compensación de vacío está activada.
		El flujo del gas portador es inestable	Busque fugas en inyector o ruta de flujo. Compruebe el tanque de gas portador
		Impurezas acumuladas en la columna	Procese tan solo disolvente para retirar impurezas. Si éstas persisten tras múltiples procesos: Inyecte disolvente de otra procedencia. Cambie la jeringa, <i>liner</i> y septum. Limpie el inyector. Compruebe niveles de impureza en su gas. Use las purezas de gas y filtro correctas.
Descendiente		Escape de gas portador en el sistema	Realiza una prueba de fugas y apriete las conexiones de línea del gas portador si encuentra una fuga
		Columna en acondicionamiento	Espere a la estabilización de la columna.
Aumentando		Impurezas acumuladas en la columna	Compruebe niveles de impureza en su gas. Use la pureza de gas correcta.
Aumento anormal en la línea base si la temperatura del horno es muy alta		Impurezas acumuladas en la columna	Reacondicione o reemplace la columna.

Tabla 2. Investigación de cuestiones de referencia en sus datos, continuación (Hoja 2 de 2)

Comportamiento	Característica	Causa	Remedio
Picos cromatográficos con ruido	General	Excesiva exudación de la columna a altas temperaturas del horno	<p>Reduzca la temperatura de la columna.</p> <p>Acondicione la columna.</p> <p>Instale una columna para altas temperaturas.</p>
		La columna está contaminada o dañada	Acondicione o reemplace la columna.
		La temperatura del horno es mayor que la máxima admitida por la columna	Reduzca la temperatura del horno a la temperatura máxima admitida por la columna.
		Fuga en las conexiones de la columna	<p>Localice la fuga. Apriete las conexiones de la columna si estuvieran flojas.</p> <p>Reemplace la férula si ésta estuviera demasiado prieta.</p>
			La temperatura de la línea de transferencia no se ha de ajustar demasiado baja.

Investigación de problemas de picos

Tabla 3. Investigación de problemas de picos en sus datos (Hoja 1 de 3)

Comportamiento	Característica	Causa	Remedio
Ensanchamiento	General	Flujo en columna mayor que el óptimo para la columna	Reduzca el flujo. Asegúrese de que la compensación de vacío esté activada. Aumente el flujo.
		Flujo en columna menor que el óptimo para la columna	Incremente el flujo a 40-50 ml/min.
		El flujo dividido es demasiado bajo para la inyección dividida	Pruebe la columna al flujo óptimo.
		El rendimiento de la columna se ha degradado	
		El inyector está sucio	Limpie o reemplace el <i>liner</i> .
		La fuente de iones está sucia	Limpie la fuente de iones y ajuste el instrumento.
		La columna no está suficientemente introducida en la línea de transferencia	La columna GC no alcanza a penetrar en la fuente MS. Use la herramienta de medición de columna para confirmar la longitud de la columna. Si el extremo de la columna está dentro de la línea de transferencia, una cantidad excesiva de vertido del GC tocará la pared interior.
Frente (<i>fronting</i>)	General	Columna sobrecargada	Disminuya la cantidad inyectada y/o las concentraciones de analito. Incremente la proporción de división (<i>split ratio</i>). Use una columna con un recubrimiento más grueso.

Tabla 3. Investigación de problemas de picos en sus datos, continuación (Hoja 2 de 3)

Comportamiento	Característica	Causa	Remedio
Cola (<i>tailing</i>)	Picos de muestra	La degradación de la columna causa esta actividad	Inyecte una mezcla de prueba y evalúe la columna. Reemplace la columna si fuera necesario.
		El <i>liner</i> está sucio	Limpie o reemplace el <i>liner</i> .
		La fuente de iones está sucia	Limpie la fuente de iones. Ejecute el método con una temperatura de fuente más alta, asegurándose de no iniciar la ejecución de muestras en matriz hasta que la fuente haya dispuesto de algunas horas para alcanzar equilibrio térmico.
		Lana de vidrio o el <i>liner</i> del inyector están causando actividad	Reemplace la lana de vidrio con lana nueva silanizada e instale un <i>liner</i> limpio.
		La temperatura del inyector es demasiado baja	Incremente la temperatura del inyector.
		Las conexiones de la columna no son buenas o están obstruidas	Reconecte la entrada de la columna.
		La fase estacionaria no es apropiada para sus compuestos elegidos	Reemplace la columna y elija una fase más apropiada para su análisis.
		La temperatura de mantenimiento final del horno es demasiado baja	Incremente la temperatura de la columna / el horno. No exceda la temperatura máxima recomendada para la fase estacionaria.
		La temperatura de la línea de transferencia es demasiado baja	Si el <i>tailing</i> ocurre en compuestos de elución tardía, es probable que la temperatura de la fuente o de la línea de transferencia sea demasiado baja.
		La temperatura de la fuente es demasiado baja.	Si el <i>tailing</i> ocurre en compuestos de elución tardía, es probable que la temperatura de la fuente o de la línea de transferencia sea demasiado baja.
		Mala caracterización de la columna	Vea Cambio de la columna para informarse sobre chequeo de fugas y flujo de columna.

9 Resolución de problemas

Investigación de problemas de picos

Tabla 3. Investigación de problemas de picos en sus datos, continuación (Hoja 3 de 3)

Comportamiento	Característica	Causa	Remedio
Picos fantasma (<i>Ghost</i>)	General	Elución incompleta de la muestra anterior	Incremente la temperatura final del programa del horno o el tiempo total de ejecución. Incremente el flujo de la columna.
		El gas portador está contaminado	Reemplace la bombona de gas o el filtro.
		Materiales de laboratorio de vidrio están contaminados	Asegúrese de que están limpios y libres de contaminantes.
		La muestra inyectada se ha descompuesto	Baje la temperatura del puerto de inyección. Use la técnica de inyección <i>on-column</i> .
		La disolución inyectada solución contiene matriz	Limpie adecuadamente su muestra antes de la inyección.
Picos ausentes	Línea base o fondo presentes	El inyector o elementos neumáticos están contaminados	Retire la columna y acondicione el inyector. Use un <i>septum</i> de alta calidad. Reemplace el filtro de ventilación dividida (<i>split vent filter</i>). Instale un filtro intercalado entre elementos neumáticos e inyector.
		Columna rota	Reemplace la columna.
		Flujo de columna incorrecto	Asegúrese de que los septum estén sellando y de que la compensación de vacío esté activada.
		Ajustes de <i>backflush</i> incorrectos	Mantenga <i>backflush</i> desactivado (en Off) hasta el final de la inyección
Picos ausentes	Línea base o fondo no presentes	La posición de la columna en el inyector S/SL es incorrecta (demasiado alta)	Compruebe la posición de la columna.
		Pobre o inexistente conexión eléctrica	Compruebe los cables conectores.
		El instrumento ISQ no está tomando datos	Asegúrese de que el archivo de ajuste sea el correcto. Verifique que el piloto “ocupado” (<i>Busy</i>) esté encendido durante la adquisición. Cierre Xcalibur, abra <i>Instrument Configuration</i> , presione el botón Reset en el instrumento ISQ, espere diez segundos, y cierre <i>Instrument Configuration</i> .

Investigación de problemas de resultados

Tabla 4. Investigación de problemas de resultados en sus datos (Hoja 1 de 2)

Comportamiento	Característica	Causa	Remedio
Mala reproductibilidad de áreas de pico	General	La ganancia del detector está demasiado baja	Reajuste la ganancia. Incremente el voltaje del multiplicador de electrones. Incremente el objetivo de recuento de iones.
		La concentración no es compatible con el rango dinámico del sistema de detección.	Verifique que la concentración de la muestra es apropiada para el MS.
		Cromatograma y espectro en blanco	Asegúrese de que el archivo de ajuste sea el correcto. Verifique que el piloto “ocupado” (<i>Busy</i>) esté encendido durante la adquisición. Asegúrese de que el filamento no esté fundido.
		Técnica de inyección no apropiada	Use una diferente técnica de inyección.
		Parámetros de inyección no apropiados	Verifique la temperatura de inyección y flujos.
		La técnica de inyección de muestras no es reproducible	Evalúe las secuencias de preparación de muestras. Compare los resultados con una serie de inyecciones estándar.
		La jeringa o el <i>septum</i> tienen fugas	Chequee y reemplace la jeringa y/o <i>septum</i> a intervalos regulares.
		Fuga en puerto de inyección	Chequee las conexiones de la columna. Ejecute un chequeo de fugas.
		La técnica de inyección no es apropiada	Cuidadosamente mida la cantidad inyectada, con una jeringa limpia y de calidad.
	La fuente de iones está sucia	Limpie la fuente de iones y reajuste el instrumento.	
	El flujo dividido (<i>Split flow</i>) o el control de proporciones (<i>ratio control</i>) no son adecuados	Monitoree el flujo. Reemplace el filtro intercalado.	

9 Resolución de problemas

Investigación de problemas de resultados

Tabla 4. Investigación de problemas de resultados en sus datos, continuación (Hoja 2 de 2)

Comportamiento	Característica	Causa	Remedio
Poca sensibilidad	Con tiempo de retención incrementado	Flujo demasiado bajo del gas portador	<p>Incremente el flujo del gas portador</p> <p>Localice y retire posibles obstrucciones en la línea del gas portador.</p> <p>Compruebe posibles fugas en el septum, inyector, y férulas de columna.</p>
	Con tiempo de retención normal	Fuga en línea de portador	Haga chequeo de fugas y corríjalas.
		La jeringa tiene fugas durante la inyección	Reemplace la jeringa o las juntas del pistón, si fuera necesario.
		La temperatura de inyección dividida (<i>Split</i>) es demasiado baja	Incremente la temperatura del inyector.
		El voltaje no llega a la lente.	<p>Reemplace la placa de la lente y resortes si están dañados. Retire restos o trozos rotos del colector. Ejecute un diagnóstico de la lente.</p> <p>Chequee la conexión retirando o insertando la fuente de iones.</p>
Tiempos de retención	Mala reproductibilidad	DCC inestable o en deriva	<p>Monitoree flujo y presión de la columna.</p> <p>Chequee y reemplace el controlador, si fuera necesario.</p>
		La técnica de inyección no es apropiada	Elija una técnica de inyección adecuada para el inyector y <i>liner</i> que está usando.
		El tamaño de la muestra vaporizada es mayor que el volumen de <i>liner</i>	Reduzca la cantidad inyectada y/o el volumen.
		El <i>handshaking</i> no está configurado correctamente	Asegúrese de que el GC esté inhibido por el MS y espere el cierre de contacto por el muestreador automático.
		La temperatura de la columna es inestable	<p>Compruebe la puerta principal del horno y la abertura de enfriamiento.</p> <p>Monitoree la temperatura de la columna.</p>

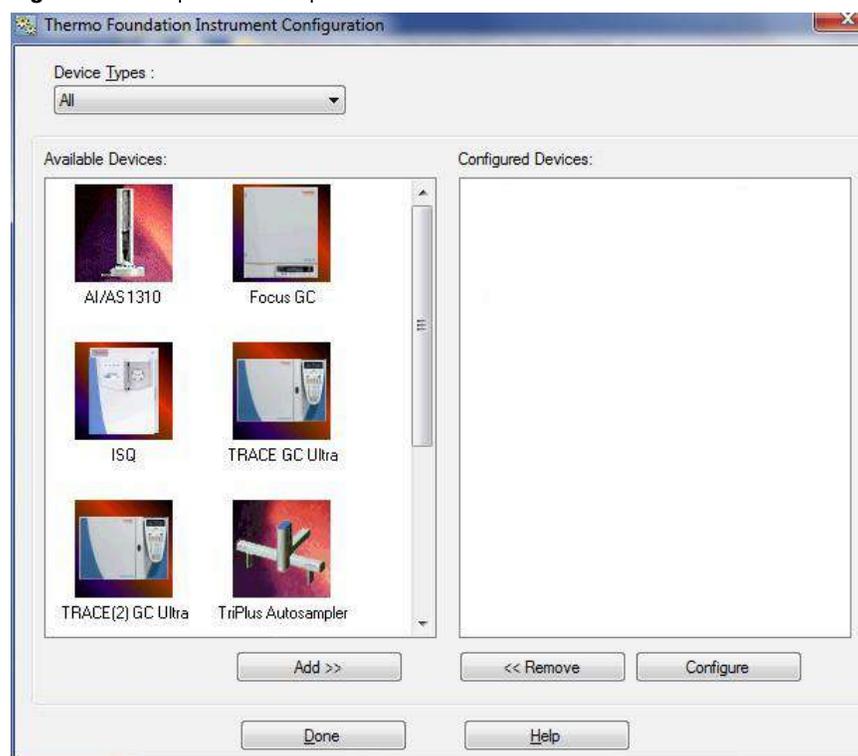
Reconfiguración de su instrumento

Si su instrumento pierde comunicación con el ordenador, si ha reinstalado Xcalibur, o tiene un ordenador nuevo, podría tener que reconfigurar el Instrumento ISQ.

❖ Para reconfigurar su instrumento ISQ

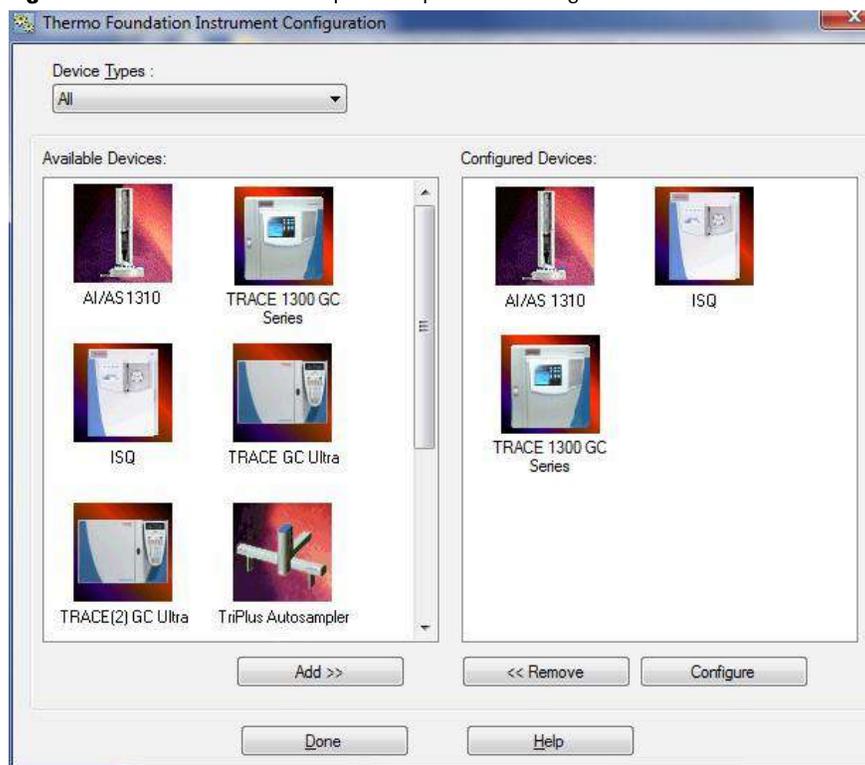
1. Desde el menú inicio en el escritorio de su ordenador, vaya a **Thermo Foundation 3.0 | Instrument Configuration**. Cuando la utilidad *Instrument Configuration* se abra, podrá ver los iconos de los instrumentos que tiene conectados.
2. Haga clic en el icono ISQ (u otros instrumentos) en la columna *Available Devices* y haga clic en **Add** para moverlo a la columna *Configured Devices*.

Figura 119. Dispositivos disponibles hallados



3. Haga clic en el icono de cada instrumento que quiere configurar y haga clic en **Add**.

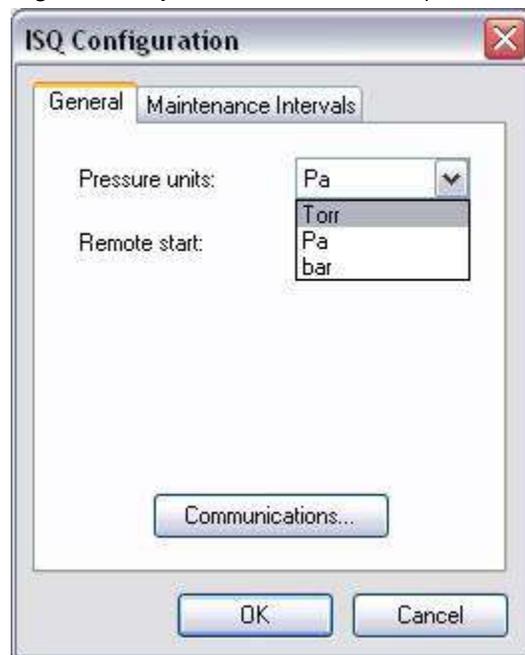
Figura 120. Adición de un dispositivo para ser configurado



4. Haga clic en **Configure**.

5. En la pestaña **General**, ajuste las unidades de presión.

Figura 121. Ajuste de las unidades de presión

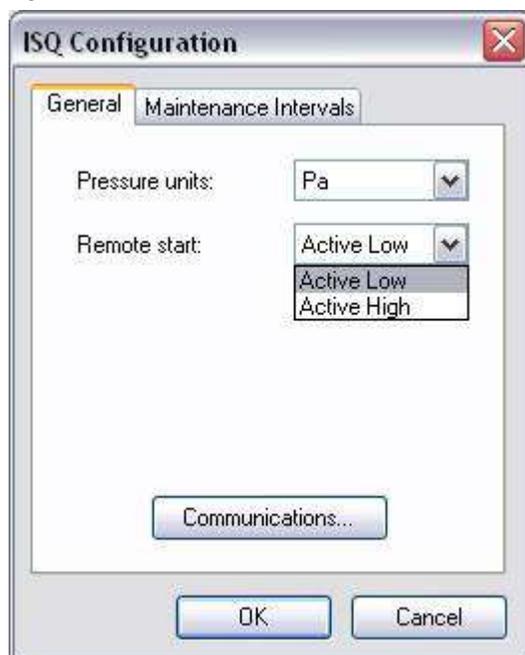


Nota Vd. solamente debe ajustar las unidades de presión si Vd. tiene un medidor de presión de iones o *convectron* instalado en su sistema. Las lecturas de estos componentes se mostrarán en las unidades elegidas en esta ventana.

6. Ajuste el inicio remoto. Se usa para informar al MS ISQ cuando el GC ha iniciado una ejecución. Cuando configure el GC, puede decirle qué enviar al ISQ. En esta ventana,

Vd. debe asegurarse de que el valor del campo es el mismo que estableció en el GC. El valor por defecto es *Active Low*.

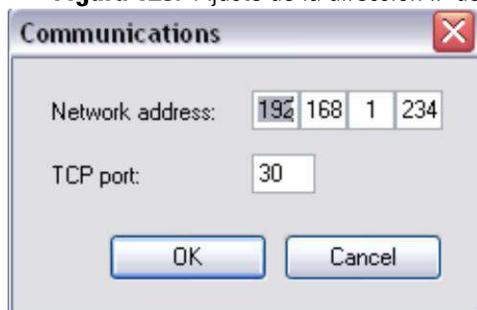
Figura 122. Ajustando el inicio remoto



7. Haga clic en el botón **Communications** para ajustar la dirección de red IP de la placa de comunicación con el PC del instrumento, y para asignar un puerto TCP. Los ajustes por defecto son introducidos en fábrica y solamente deben ser cambiados tras consultar con su departamento informático local y obtener un software especial del departamento de Atención al Cliente, necesario para reprogramar la dirección IP en su instrumento.

Nota El instrumento debe estar conectado a un puerto reservado Ethernet en el PC. El instrumento no puede conectarse a través de una red LAN.

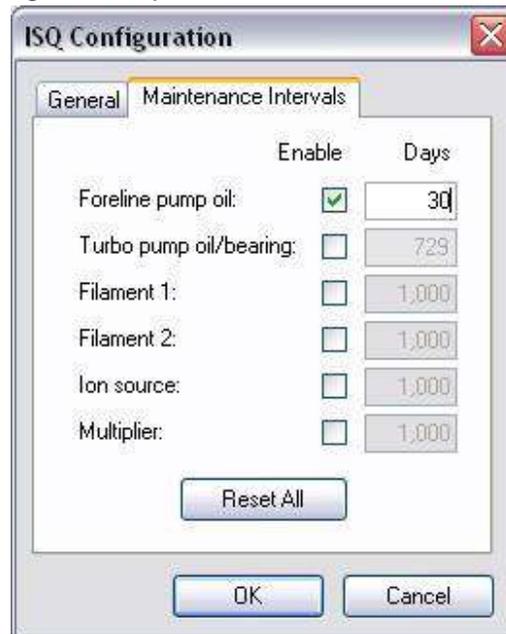
Figura 123. Ajuste de la dirección IP de red y del puerto TCP



8. Haga clic en la pestaña **Maintenance Intervals** para ajustar el intervalo en número de días con el que planea realizar mantenimiento en ciertos componentes de su sistema GC/MS. Por defecto, están automáticamente habilitados los aceites de la bomba de vacío previo y bomba turbo. Puede monitorizar el progreso de estos ajustes en el panel *Status* de Xcalibur.

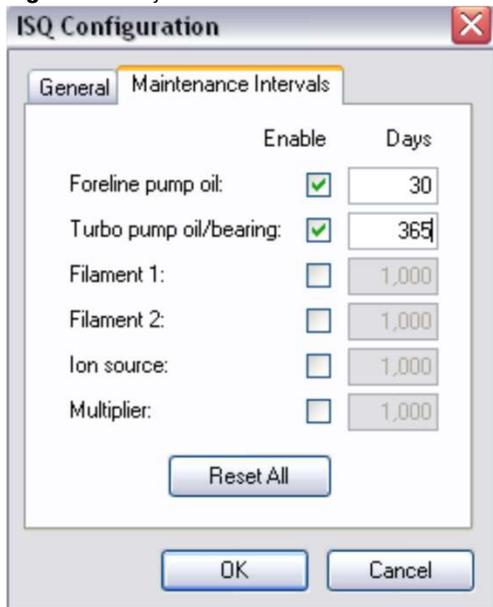
9. Seleccione la casilla **Foreline pump oil** para habilitar los intervalos de mantenimiento del aceite de la bomba de vacío previo. Después, ajuste el plazo en días tras el que quiere ser avisado de comprobar el aceite. El fabricante recomienda cambiar el aceite cada 125 días. Si Vd. está usando gases corrosivos, tales como amoníaco, debe cambiar el aceite cada 30 días.

Figura 124. Ajuste del intervalo de mantenimiento del aceite de la bomba de vacío previo



10. Seleccione la casilla **Turbo pump oil/bearing** para habilitar los intervalos de mantenimiento del aceite de la bomba turbo. Después, ajuste el plazo en días tras el que quiere ser recordado de comprobar el aceite. El fabricante recomienda cambiar el cartucho de aceite cada 730 días y el cojinete cada 1.460 días.

Figura 125. Ajuste del recordatorio de mantenimiento del aceite de la bomba turbo



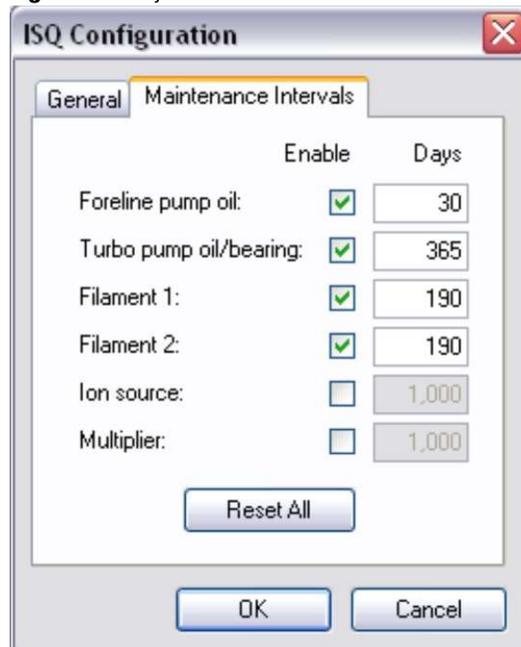
11. Seleccione la casilla **Filament 1** para habilitar el recordatorio de mantenimiento. En un sistema libre de fugas, el filamento debiera durar entre 30-360 días, dependiendo del uso.

Figura 126. Ajuste del recordatorio de mantenimiento del filamento 1



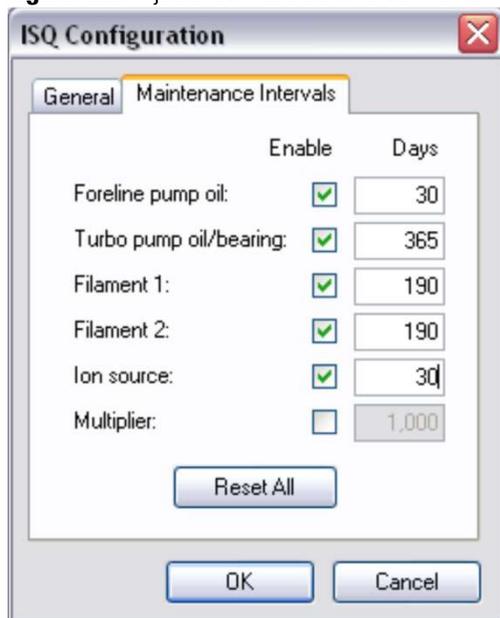
12. Seleccione la casilla **Filament 2** para habilitar el recordatorio de mantenimiento. En un sistema libre de fugas, el filamento debiera durar entre 30-360 días, dependiendo del uso.

Figura 127. Ajuste del recordatorio de mantenimiento del filamento 2



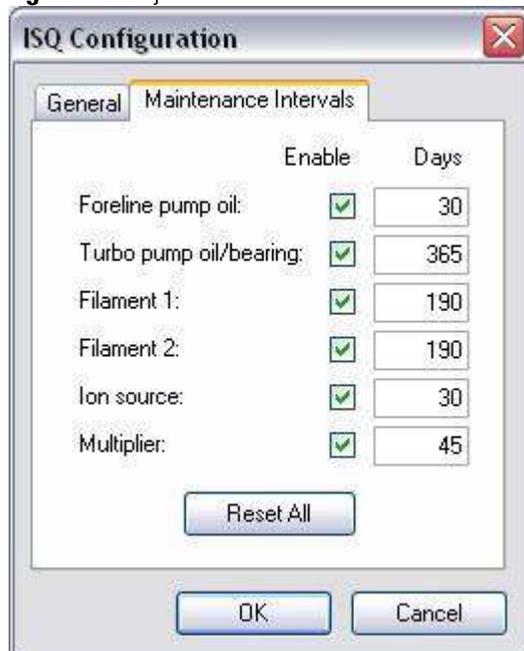
13. Seleccione la casilla **Ion Source** para habilitar el recordatorio de mantenimiento. Después, ajuste el plazo en días tras el que quiere ser recordado de comprobar la fuente de iones. El intervalo entre limpiezas depende muy estrechamente de sus análisis. Vd. deberá determinar el intervalo apropiado entre limpiezas de fuente.

Figura 128. Ajuste del recordatorio de mantenimiento de limpieza de la fuente de iones



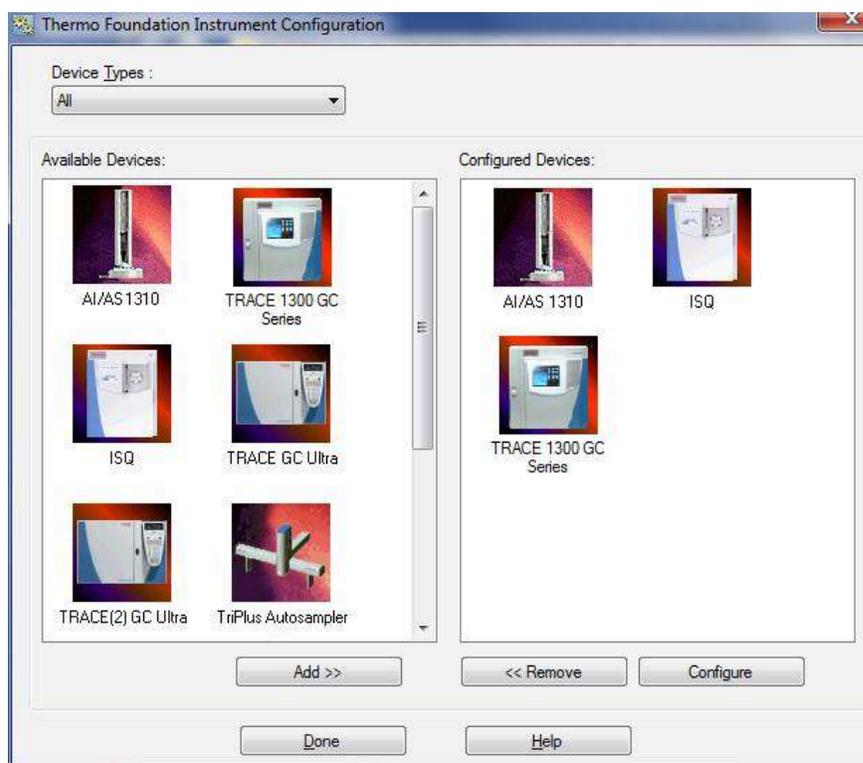
14. Seleccione la casilla **Multiplier** para habilitar el recordatorio de mantenimiento. Después, ajuste el plazo en días tras el que quiere ser recordado de comprobar el multiplicador de electrones.

Figura 129. Ajuste del recordatorio de mantenimiento del multiplicador de electrones



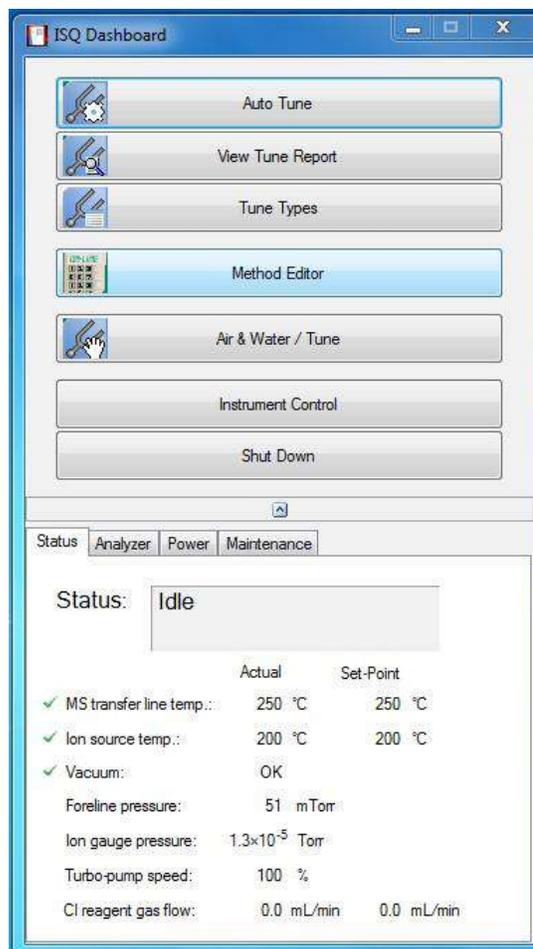
15. Haga clic en **OK** para regresar a la ventana principal *Instrument Configuration*.

Figura 130. Regreso a la ventana de configuración



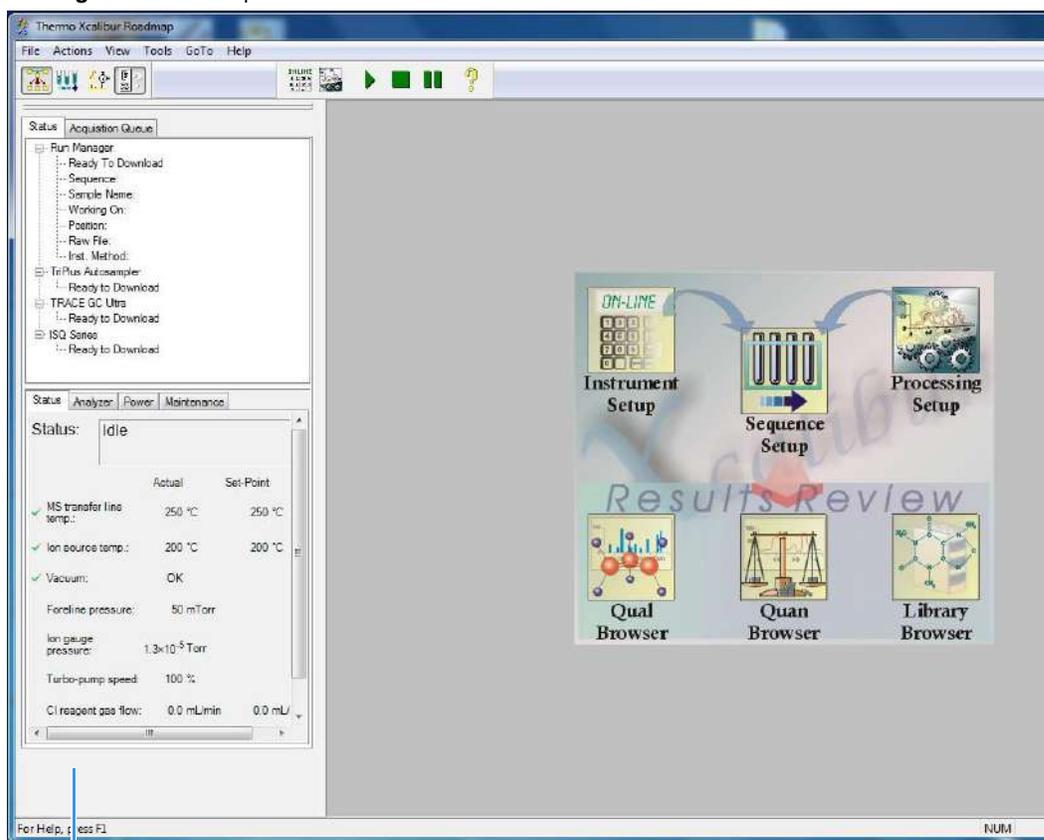
16. Haga clic en el botón **Done** para cerrar la utilidad *Instrument Configuration*.
17. Puede comprobar el estado de su instrumento ISQ en la pestaña *Status* del *Dashboard ISQ*.

Figura 131. Comprobación del estado del Instrumento ISQ en el *Dashboard ISQ*



18. En el panel **Status Pane** de la ventana *Xcalibur Roadmap*, Vd. puede comprobar el estado de todos sus instrumentos. Vea la [Figura 132](#).

Figura 132. Comprobación de los estados de todos los instrumentos en el Xcalibur



Panel Status

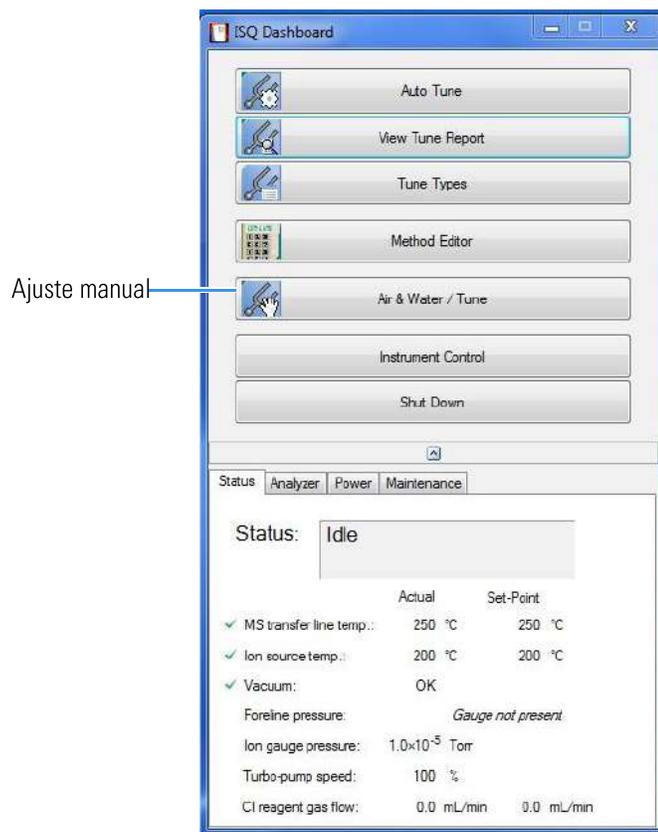
Mejora del Software

Una vez que haya adquirido software opcional para su sistema ISQ QD, Vd. recibirá de la fábrica una clave de producto. Esta clave de producto se requiere para obtener licencia de uso del software. Siga las instrucciones a continuación para introducir la clave de producto y activar su software.

Nota Vea la *Guía de Piezas de Repuesto ISQ* para más información sobre mejoras de software.

1. Haga clic en **Air & Water/Spectrum** en el *Dashboard* ISQ para abrir la utilidad de ajuste manual. Vea la [Figura 133](#).

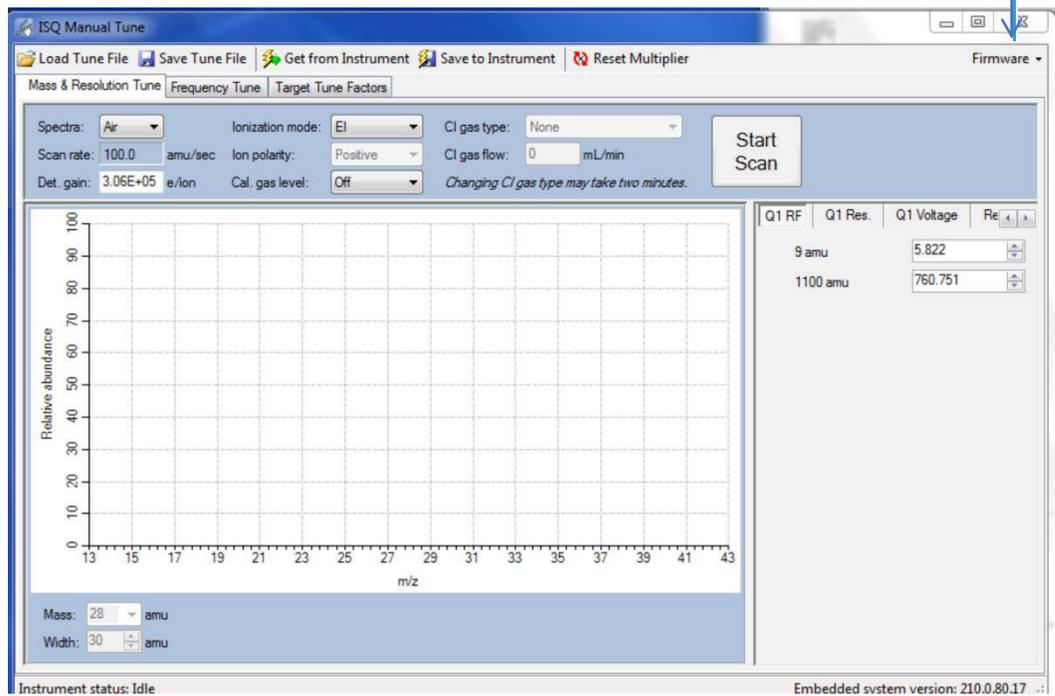
Figura 133. Dashboard ISQ



2. Se abre la utilidad *ISQ Manual Tune*. Haga clic en **Firmware** en el lado superior derecho de la pantalla para abrir el menú firmware. Vea la [Figura 134](#).

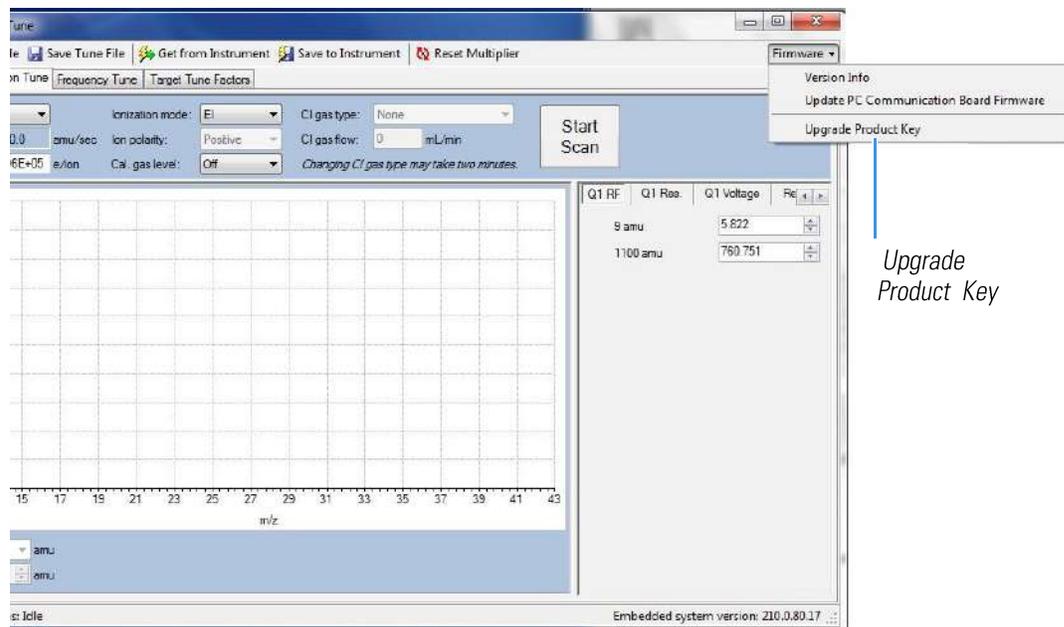
Figura 134. Inicio del ajuste manual

Menú Firmware



3. Se abre el menú firmware. Seleccione **Upgrade Product Key** como muestra la Figura 135.

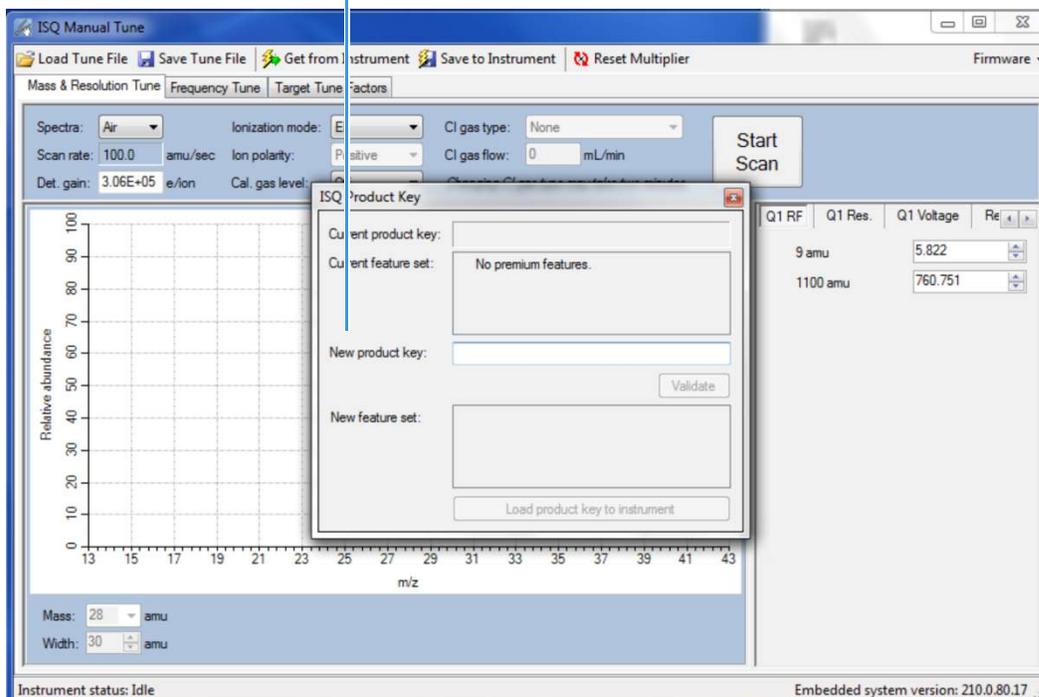
Figura 135. Selección de la opción clave de actualización de producto



4. Se abre la ventana ISQ Product Key. Introduzca su clave de producto en el cuadro New Product Key como muestra la Figura 136.

Figura 136. Introducción de la clave del producto

Cuadro New
Product Key



Índice

A

adquisición, utilidad de los métodos de, 41
ajustes
 adición de tipos de, 26
ajustes, informes
 ajustes, 30
 ejemplo, 30
 impresión, 30
ajustes, tipos
 CI-, 26
 CI+ , 26
 comprobación diaria, ajuste de, 25
 Daily Tune, 25
 EI, ajuste por defecto, 25
 EI ajuste completo, 26
análisis, ejecución de un, 43
AutoSIM
 ajustes de iones SIM, 76
 creación de un método, 72
 envío de un estudio, 78
 obtención de clave de licencia, 73
 selección de iones SIM, 80
 uso, 71
apertura de una secuencia, 87
Autoajuste, modificación, 112
Autoajuste, uso, 24

B

barrido completo, sobre el modo de, 44

C

centroided, datos , 44
CI, selección de tipos de gas, 115
CI, uso del modo, 42
columna
 búsqueda de fugas, 10
 temperatura, 12

contaminación, indicios, 131
contaminantes comunes, 131
creación de un método 37
cromatogramas, visualización, 99
cumplimiento
 FCC vi
 regulaciones v
 WEEE vii

D

datos, investigación de problemas de resultados, 137
datos, verificación, 99
diagnósticos, selección de pruebas a ejecutar, 123
disolventes, elección de, 85
documentación, listado, xxi

E

EI, sobre el tipo de ajuste, 26
electromagnética, compatibilidad, vi
encendido, comprobación, 1
encuesta, vínculo a la, xxi
EMC, cumplimiento, v

F

FCC cumplimiento, vi
filamento, ajuste del voltaje, 116
filamento, apagado y encendido, 46
flujo, verificación del, 2
fuente de iones, ajuste de temperatura, 42, 117
fugas, indicios, 131
fugas, búsqueda de, 10

G

gas
 flujo, 2
 presión del tanque, 3

GC

- gas portador, 2
- creación de un método, 53
- encendido, 2

H

- huellas dactilares, indicios, 131

I

- instrumento, selección de método de, 90

ISQ

- ajuste, 23
- cambio de la columna, 5
- confirmación del funcionamiento, 1
- creación de un método, 37
- ejecución de una muestra, 85
- encendido, 1
- exploración de datos, 99
- optimización de métodos, 109
- reconfiguración, 139
- resolución de problemas, 127

- ISQ, sobre la utilidad Autoajuste, 24

- ISQ Autoajuste, 112

L

- línea base (solución de problemas)
 - inestabilidad, 132
 - problemas, investigación de, 132
- línea de transferencia, sobre la, 41

M

- mantenimiento, ajustes, 142
- masas, estrechando el rango, 110
- métodos
 - adquisición, 41
 - creación, 37
 - optimización, 109
 - propósito de los, 37
- muestras
 - análisis, 85
 - preparación, 85

N

- NCI, uso del modo, 42

P

- PCI, uso del modo, 42
- picos, altura mínima, 42
- picos, investigación de problemas, 134
- picos (resolución de problemas)
 - ausencia de, 136
 - cola, 135
 - ensanchamiento, 134
 - fantasma, 136
 - frente, 134
 - calentador, 4
- pilotos
 - calentadores, 4
 - vacío, 4
- pilotos al encender el ISQ, 1
- preparación de muestras, 85
- primario, selección de archivo, 100
- presión (del tanque de gas portador), chequeo, 3
- profiled*, datos, 44

R

- reconfiguración del ISQ, 139
- regulaciones, cumplimiento v
- resolución de problemas
 - sobre la, 127
 - problemas de línea base, 132
 - presión del tanque de gas portador, 3
 - pantalla del GC en blanco, 2
 - problemas con picos, 134
 - problemas con resultados, 137
 - temperatura de línea de transferencia, 41
 - informe de ajuste, 30
- resultados (resolución de problemas)
 - baja reproducibilidad de las áreas de picos, 137
 - poca sensibilidad, 138
 - tiempos de retención, 138
- rutina, mantenimiento de,
 - motivos, 131

S

- seguridad, estándares v
- sensibilidad, resolución de problemas, 138
- separación cromatográfica, cambio de la, 109
- secuencias
 - apertura de, 87
 - ejecución, 86
 - guardar, 93
 - personalización, 95
 - priorización, 97

SIM, uso del modo, 44

T

temperatura, comprobación, 4

temperatura de fuente de iones, 42

temperatura de línea de transferencia, 111

temperatura de línea de transferencia, ajuste, 41

tiempos de retención, resolución de problemas, 138

U

usuario, sobre el nombre de, 97

V

vacío, comprobación, 4

velocidad de escaneo, optimización, 110

voltaje del filamento, ajuste, 116

W

WEEE, cumplimiento vii

